

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO ACADÊMICO DE ALIMENTOS  
CURSO SUPERIOR DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS  
CÂMPUS CAMPO MOURÃO - PARANÁ

JÉSSICA CINTIA BARBIERI

**EXTRAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DA SEMENTE DO  
MARACUJÁ EM POLI(CAPROLACTONA)**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

CAMPO MOURÃO

2014

JÉSSICA CINTIA BARBIERI

**EXTRAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DA SEMENTE DO  
MARACUJÁ EM POLI(CAPROLACTONA)**

Trabalho de conclusão de curso de graduação, apresentado à disciplina de Trabalho de Conclusão de Curso II, do Curso Superior de Engenharia do Departamento Acadêmico de Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, *campus* Campo Mourão, como requisito parcial para a obtenção do título de bacharel em Engenheiro de Alimentos.

Orientadora: Profa. Dra. Fernanda Vitória Leimann

CAMPO MOURÃO  
2014



Ministério da Educação  
**Universidade Tecnológica Federal do Paraná**  
Câmpus Campo Mourão

Departamento Acadêmico de Alimentos  
Engenharia de Alimentos



---

## **TERMO DE APROVAÇÃO**

**EXTRAÇÃO E MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DA SEMENTE DO MARACUJÁ  
EM POLI(CAPROLACTONA)**

por

**JÉSSICA CINTIA BARBIERI**

Este Trabalho de Conclusão de Curso (TCC) foi apresentado em 08 de Agosto de 2014 como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Alimentos. A candidata foi arguida pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

---

Profa. Dra. Fernanda Vitória Leimann  
Orientadora

---

Prof. Dr. Bogdan Demczuk Jr.  
Membro da banca

---

Profa. Dra. Mirela Vanin dos Santos Lima  
Membro da banca

---

Nota: O documento original e assinado pela Banca Examinadora encontra-se na Coordenação de Tecnologia e Engenharia de Alimentos da UTFPR Campus Campo Mourão.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço em primeiro lugar a Deus, pela força e coragem durante toda esta caminhada.

Aos meus familiares, em especial meus pais Sara Silvana Machado Barbieri e Valdecir Barbieri e minha irmã Gabriela Barbieri, que apesar das dificuldades me fortaleceram e incentivaram nas horas difíceis, de cansaço e desânimo.

A todos os professores do curso, que foram de extrema importância na minha vida acadêmica, em especial a Profa. Dra. Fernanda Vitória Leimann, pela paciência na orientação e apoio na elaboração deste trabalho.

Aos meus amigos, com quem compartilhei as angústias, alegrias, felicidades e sempre me apoiaram.

A Gryele Karen Piva, por todos esses anos de convivência, se mantendo sempre presente, servindo de apoio ao longo de toda essa caminhada.

Aos professores da banca examinadora, pela atenção e sugestões que contribuíram para a conclusão deste trabalho.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para parte da minha formação, para que eu pudesse subir mais esse degrau.

*"Que os vossos esforços desafiem as impossibilidades, lembrai-vos de que as grandes coisas do homem foram conquistadas do que parecia impossível."*

*Charles Chaplin*

## RESUMO

BARBIERI, Jéssica Cintia. **Extração e microencapsulação de óleo da semente do maracujá em poli(caprolactona)**. 2014. 40 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Alimentos), Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2014.

O processamento do suco de maracujá gera uma grande quantidade de subprodutos, os quais são as sementes e cascas, que geralmente são descartados, tornando-se um problema de resíduo industrial. O óleo de semente de maracujá possui variada aplicação na indústria, porém este possui um alto teor de ácidos graxos insaturados, sendo suscetível a rancidez oxidativa. Uma alternativa para evitar a exposição do óleo para o ar atmosférico que leva a essa oxidação e aumentar assim a estabilidade do óleo é a sua microencapsulação. Neste trabalho o óleo das sementes de maracujá foi extraído com hexane e o óleo resultante foi microencapsulado por emulsificação evaporação do solvente com poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL). A influência das condições experimentais, taxa de agitação e quantidade de óleo, foi avaliada no diâmetro medio ( $D_p$ ) e distribuição de tamanhos (índice de polidispersão, PDI) das microcápsulas pelo Teste-t de Student com 95% de confiança. A interação da casca polimérica com o óleo encapsulado foi avaliada por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR). O rendimento da extração do óleo foi de 29,5%. Microcápsulas com 137,4  $\mu\text{m}$  foram obtidas quando 500 RPM de taxa de agitação foi utilizada. Foi observada diferença significativa no  $D_p$  entre as micropartículas branco (sem óleo) e as microcápsulas a 500 RPM. Quando a taxa de agitação foi aumentada para 1.000 RPM nenhuma diferença significativa foi observada para o  $D_p$  nem para o PDI das microcápsulas. Foi possível observar interações entre a casca polimérica e o óleo de semente de maracujá pelos espectros de FTIR.

**Palavras-chave:** Microencapsulação, Resíduo, Emulsificação/evaporação do solvente, Óleo de maracujá.

## ABSTRACT

BARBIERI, Jéssica Cintia. **Extraction of passion fruit seed oil and microencapsulation in poly( $\epsilon$ -caprolactone)**. 2014. 40 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia de Alimentos), Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2014.

The processing of passion fruit juice generates a large amount of by-products, which are seeds and shells, which are usually discarded becoming an industrial waste problem. It represents significant waste amounts, turning it a scientific and technological interesting resource to add value. The passion fruit seed oil has a wide range of application in industry, but it presents a high content of unsaturated fatty acids, being susceptible to oxidative rancidity. An alternative to avoid the exposure of the oil to atmospheric air, that leads to its oxidation, and increase its stability is its microencapsulation. In this work the passion fruits seed oil was extracted with hexane and the resulting oil was microencapsulated by emulsification solvent evaporation with poly( $\epsilon$ -caprolactone) (PCL). The influence of the experimental conditions, stirring rate and oil amount, was evaluated on the final average diameter ( $D_p$ ) and size distribution (Polydispersion index, PDI) of the microcapsules by Students T-test with 95% of confidence. The interaction of the polymeric shell with the encapsulated oil was evaluated by Spectroscopy Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The yield of oil extraction obtained was equal to 29.5%. Microcapsules with 137.4  $\mu\text{m}$  were obtained when 500 RPM of stirring rate was used. A significant difference was observed in  $D_p$  between the blank microparticles (no oil) and microcapsules at 500 RPM. When the stirring rate was increased to 1,000 RPM any significant difference was observed in the  $D_p$  nor in PDI to microcapsules. It was possible to observe interactions between the polymeric shell and the passion fruit oil by FTIR spectra.

**Key-words:** Microencapsulation, Residue, Emulsification/evaporation of the solvent, Passion fruit oil.

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> – Imagem esquemática de uma microcápsula. Fonte: Adaptado de Marcuzzo, 2012.....	14
<b>Figura 2</b> – Produção de micropartículas pelo método de emulsificação/evaporação do solvente. Fonte: Adaptado de Zanetti et al., 2002. ....	15
<b>Figura 3</b> – Molécula de Tween 80. ....	16
<b>Figura 4</b> – Fórmula estrutura da molécula de gelatina. Fonte: Adaptado de Farmacopéia portuguesa, 2003.....	17
<b>Figura 5</b> – Molécula de poli( $\epsilon$ -caprolactona). ....	18
<b>Figura 6</b> - Esquema do extrator soxhlet utilizado para obtenção do óleo de semente de maracujá.....	22
<b>Figura 7</b> – Micrografias das microcápsulas obtidas nas seguintes condições (a) MOMB (500 RPM, sem óleo-branco); (b) MOML (500 RPM, 0,5 g óleo) e (c) MOMH (1.000 RPM, 0,5 g óleo). ....	26
<b>Figura 8</b> - Histogramas com a distribuição do tamanho das microcápsulas MOMB (Branco, 500 RPM); MOML (500 RPM, 0,5 g óleo); MOMH (500 RPM, 0,5 g óleo)..	26
<b>Figura 9</b> – Espectros de Infravermelho dos componentes puros utilizados na preparação das microcápsulas.....	29
<b>Figura 10</b> – Espectros de Infravermelho das microcápsulas com óleo de maracujá e micropartículas branco. ....	29



## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Condições experimentais utilizadas para obtenção das microcápsulas. .	23
<b>Tabela 2</b> - Análise estatística do efeito da viscosidade da fase orgânica no diâmetro médio ( $D_p$ ), desvio padrão ( $\sigma$ ) e índice de polidispersão (IPD) das microcápsulas: MOMB (branco, 500 RPM) e MOML (0,5 g óleo 500 RPM). .....	28
<b>Tabela 3</b> - Análise estatística do efeito da taxa de agitação no diâmetro médio ( $D_p$ ), desvio padrão ( $\sigma$ ) e índice de polidispersão (IPD) das microcápsulas: MOML (0,5 g óleo, 500 RPM) e MOMH (0,5 g óleo 1.000 RPM). .....	28
<b>Tabela 4</b> - Bandas identificadas nos espectros de infravermelho dos componentes puros, microcápsulas e micropartículas branco. ....	30

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	<b>11</b>
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>13</b>
2.1 MICROENCAPSULAÇÃO .....	13
2.2 MICROCÁPSULAS .....	13
2.3 MICROENCAPSULAMENTO POR EMULSIFICAÇÃO/EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE .....	14
2.3.2 GELATINA.....	16
2.3.3 POLI(ε-CAPROLACTONA) .....	17
2.4 O ÓLEO DE MARACUJÁ .....	18
<b>3 OBJETIVOS</b> .....	<b>20</b>
3.1 OBJETIVO GERAL .....	20
3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	20
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>21</b>
4.1 MATERIAIS .....	21
4.2 OBTENÇÃO DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ .....	21
4.2.1 PREPARAÇÃO DAS SEMENTES DE MARACUJÁ .....	21
4.2.2 EXTRAÇÃO DO ÓLEO DE MARACUJÁ.....	22
4.3 OBTENÇÃO DAS MICROCÁPSULAS.....	23
4.4 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DAS MICROCÁPSULAS POR MICROSCOPIA ÓTICA.....	23
4.5 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS MICROCÁPSULAS.....	24
4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....	24
4.7 DETERMINAÇÃO DA INTERAÇÃO DO ÓLEO COM A CASCA POLIMÉRICA POR FTIR.....	24
<b>5 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>25</b>
5.1 RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ.....	25
5.2 DIÂMETRO MÉDIO E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS MICROCÁPSULAS .....	25
5.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER .....	28

<b>6 CONCLUSÃO .....</b>	<b>32</b>
<b>7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>33</b>
<b>8 REFERÊNCIAS.....</b>	<b>34</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O maracujá é utilizado de forma bastante variada: alimentícia (fruto), medicinal (folhas) e ornamental (flores), sendo seu principal uso na alimentação humana, consumido na forma de suco, seu principal produto ou *in natura* (VIEIRA, 2006).

Estudar esse fruto num país tropical é de extrema importância, pois segundo Ceagesp (2001), o Brasil é o maior produtor mundial de maracujá, onde vinte e seis estados produzem a fruta e dez desses detêm mais de 40% do volume da produção.

No processamento do suco de maracujá as cascas e sementes são os principais subprodutos resultantes, que correspondem aproximadamente 70% do peso do fruto. Geralmente o subproduto não é aproveitado, tornando-se assim um problema de resíduo industrial (OLIVEIRA, REGIS e REZENDE, 2011). A casca constitui cerca de 60% e a semente de 10 % do peso total do fruto (FERRARI, COLUSSI e AYUB, 2004). Por estes subprodutos representarem quantidades expressivas, é de interesse tecnológico, econômico e científico agregar valores aos mesmos.

Devido a 10% do resíduo gerado por safra ser constituído por sementes e considerando um rendimento de extração do óleo de 20 a 25%, tem-se uma possibilidade de produção de óleo de semente de maracujá por safra, no Brasil, de 840.000 kg, podendo ter a possibilidade de movimentar mais de R\$ 10,9 milhões (REIS, 2006).

Para a extração de óleo das sementes são utilizados processos tais como a extração por prensagem ou com solvente. O hexano é o solvente de maior escolha para extração devido ao baixo custo e elevada solubilidade destes óleos em hexano (YADAV et al., 2003).

O óleo das sementes de maracujá por apresentar grande conteúdo de ácido linoléico é suscetível a rancidez oxidativa. Para reduzir a reação espontânea do oxigênio atmosférico com os lipídios que leva à deterioração oxidativa pode ser realizada a microencapsulação do óleo. Microcápsulas são sistemas do tipo reservatório ou casca-núcleo, em que uma substância é confinada em uma cavidade

cercada por uma membrana polimérica, onde se obtém micropartículas que o diâmetro varia entre 1 e 1000  $\mu\text{m}$  (AHSAN, et al., S/D; OBEIDAT, 2009 ). O principal objetivo da microencapsulação é de proteção do material encapsulado contra a ação de vários fatores ambientais, como luz, oxigênio, umidade, entre outros (CLARK, 2002).

Diferentes métodos de microencapsulação para a preparação de micropartículas são descritos na literatura, o método a ser escolhido deve apresentar boa eficiência de encapsulação (HE et al; 1999). A escolha do procedimento mais efetivo na encapsulação de determinada substância depende, basicamente, da hidrofilia/lipofilia do composto químico em avaliação (OBEIDAT, 2009).

A técnica de emulsificação/evaporação do solvente já é amplamente aplicada à encapsulação de óleos e substâncias lipofílicas (FREITAS; MERKLE; GANDER, 2005). Conforme descrito por Reis et al. (2006), essa técnica requer a dissolução de um polímero pré-formado num solvente e a emulsificação dessa solução em água contendo um surfactante com o objetivo de se obter uma dispersão não estável de gotas na fase contínua (água). O solvente é imediatamente evaporado, induzindo a precipitação do polímero como partículas submicrométricas e o óleo permanece encapsulado no interior da casca polimérica.

O presente trabalho apresenta um estudo que caracteriza e verifica o aproveitamento das sementes excedentes do processamento do suco do maracujá, utilizando o óleo presente nas mesmas para obtenção e caracterização de microcápsulas.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 MICROENCAPSULAÇÃO

A microencapsulação é uma técnica que surgiu há muitas décadas, a qual apresenta grande aplicação, especialmente nas áreas farmacêutica, alimentar, cosmética e dos agro-químicos (SUAVE et al., 2006).

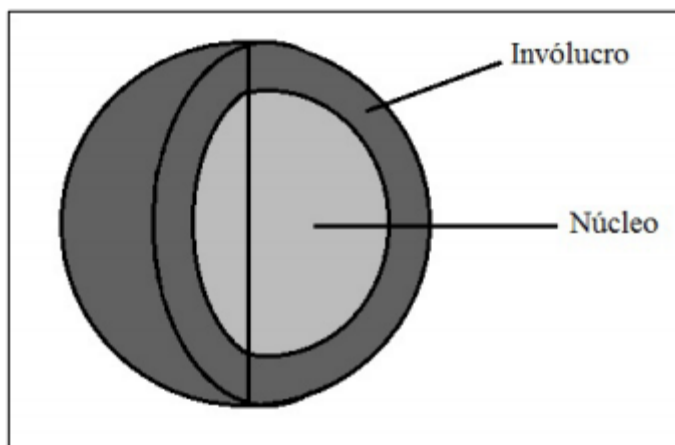
O principal motivo para microencapsular visa à proteção de materiais sensíveis e instáveis ao meio ambiente ao qual são inseridos (REN et al., 2010). A microencapsulação permite recobrir partículas ou pequenas gotas de material líquido ou gasoso, constituindo cápsulas em miniatura, as quais podem liberar seu material ativo em taxas controladas e/ou sob condições específicas. O material externo é denominado agente encapsulante, enquanto o ingrediente interno é o material ativo (ASTOLFI-FILHO et al. 2005; CHAMPAGNE et al., 2007). As microcápsulas apresentam tamanho em faixas que variam de frações de micron até vários milímetros, havendo diversas formas, de acordo com os materiais e métodos utilizados em sua elaboração (ASTOLFI-FILHO et al., 2005).

Na indústria alimentícia, essa técnica vem solucionando limitações no emprego de ingredientes, visto que pode eliminar ou suavizar *flavors* indesejáveis, reduzir a volatilidade e a reatividade e aumentar a estabilidade destes em condições ambientais adversas, como na presença de oxigênio, pH extremos e luz (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2013).

### 2.2 MICROCÁPSULAS

O termo microcápsula é usado para descrever partículas com diâmetro entre 1 e 1.000  $\mu\text{m}$ , onde dependendo da composição da parede, das propriedades físico-químicas do composto encapsulado e do método de microencapsulação utilizado, resultam em microcápsulas com tamanhos e formatos bem variados, a fim de

acomodar vários produtos (MARCUIZZO, 2012; SANTOS et al., S/D). Na Figura 1 é apresentada a representação de uma microcápsula.



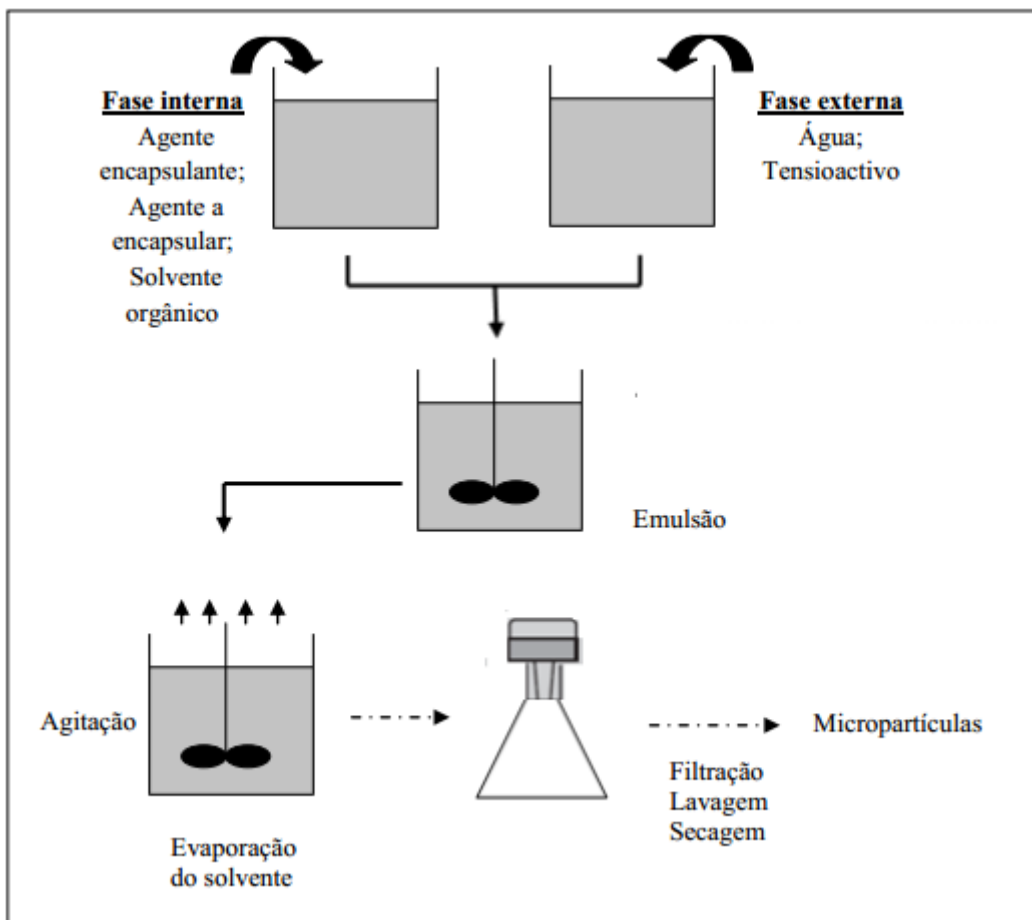
**Figura 1** - Imagem esquemática de uma microcápsula. Fonte: Adaptado de (Marcuzzo, 2012).

As microcápsulas são formadas por uma membrana de revestimento, conhecida como invólucro, geralmente de natureza polimérico e por um núcleo interno, que corresponde ao composto a encapsular (SUAVE et al., 2006). O material de núcleo das microcápsulas podem conter tintas, óleos, fragrâncias, enzimas, drogas, água ou sais (YOU et al., 2010).

### 2.3 MICROENCAPSULAMENTO POR EMULSIFICAÇÃO/EVAPORAÇÃO DO SOLVENTE

Um esquema representativo do método está apresentado na Figura 2. Este método consiste basicamente em dissolver o polímero em um solvente orgânico imiscível em água. O princípio ativo é dissolvido previamente na fase orgânica onde encontra-se o polímero. Esta fase orgânica é emulsificada por agitação mecânica numa fase aquosa que contém um tensoativo. Em seguida o solvente orgânico contido na emulsão de óleo em água (O/A), é evaporado sob agitação mecânica ou por pressão reduzida, seguida de lavagem, filtração e centrifugação (ZULIAN, 2006). O solvente orgânico e o não-solvente mais utilizados são o diclorometano e a água,

respectivamente (SUAVE et al., 2006). Algumas variáveis de processo incluem velocidade de agitação, ciclos de temperatura e taxa de evaporação do solvente (VENKATESAN et al., 2009).

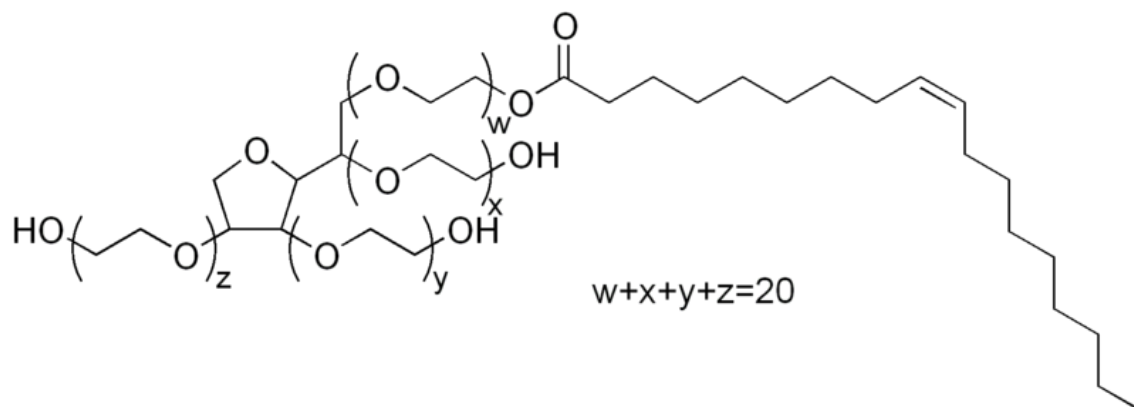


**Figura 2** – Produção de micropartículas pelo método de emulsificação/evaporação do solvente. Fonte: Adaptado de Zanetti et al., 2002.

### 2.3.1 TWEEN 80

O Tween 80, também conhecido como Polisorbato 80 (Figura 3), é um surfactante aniônico, utilizado para emulsificar óleo em água (FENG et al., 2006).





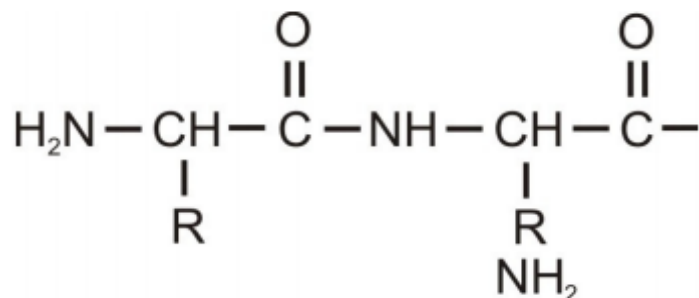
**Figura 3** – Molécula de Tween 80.

Sua característica não-iônica se dá devido as suas partes hidrofílica e hidrofóbica. Possui diversas aplicações médicas reconhecidas como relativamente seguras. É um dos surfactantes mais amplamente utilizados na área farmacêutica em diversos sistemas de administração oral e parentérica. A sua aplicação por via intravenosa é também aprovada nos Estados Unidos pelo FDA (*Food and Drug Administration*), bem como pela *European Medicines Agency*. É utilizado como excipientes de vários compostos hidrofóbicos como, por exemplo, vitaminas, imunossupressores, anestésicos e analgésicos (WEISZHÁR et al., 2012).

Diversos autores têm aplicado o surfactante Tween 80 na produção de micropartículas como Shahani e Panyam (2011) que produziram micropartículas de poli(D,L-ácido lático-co-glicólico) contendo curcumina e Barboza et al. (2014) que produziram micropartículas de poli( $\epsilon$ -caprolactona) e poli(hidroxibutirato-co-hidroxivalerato) (PHBV) contendo manidipina.

### 2.3.2 GELATINA

A gelatina, que tem sua estrutura molecular apresentada na Figura 4, é uma proteína obtida a partir da hidrólise ácida parcial ou hidrólise alcalina parcial do colágeno. Possui capacidade de formar gel quando em contato com água e constitui um composto útil para a microencapsulação devido às suas propriedades gelificantes termo-reversíveis, onde a temperaturas baixas se gelifica e a temperaturas altas se liquefaz (CARVALHO, 2009).



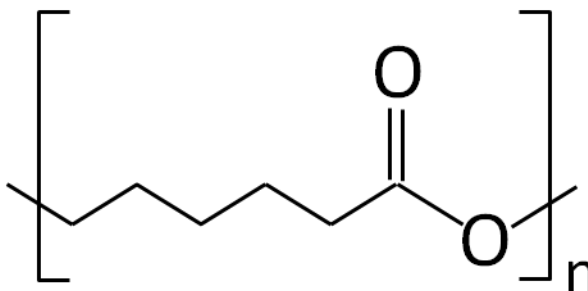
**Figura 4** – Fórmula estrutural da molécula de gelatina. Fonte: Adaptado de Farmacopéia portuguesa, 2003.

A gelatina apresenta boas características para a estabilização de suspensões orgânicas em água. De acordo com Chen, Bei e Wang (2000) a gelatina proporcionou as micropartículas de PCL que foram produzidas pelos autores tamanhos mais uniformes bem como superfícies mais lisas quando comparado com o surfactante PAM (derivado de poliacrilamida hidrofobicamente modificado).

### 2.3.3 POLI(ε-CAPROLACTONA)

A poli(ε-caprolactona) (PCL), que tem sua estrutura molecular apresentada na Figura 5, é um polímero semi-cristalino com temperatura de transição vítrea de -60 °C e temperatura de fusão variando entre 59 e 64 °C, dependendo da sua natureza cristalina (SINHA et al., 2004).

A PCL pode ser utilizada como material encapsulante quando a técnica de emulsificação/evaporação do solvente é utilizada, sendo capaz de encapsular diferentes moléculas como: quetoprofeno (GUZMAN et al., 1996), albumina de soro bovino (YANG et al., 2001), insulina (SHENOY et al., 2003), etc. O interesse na utilização da PCL como matriz encapsulante vem das suas características de biodegradabilidade, biocompatibilidade e insolubilidade em água, pela sua elevada permeabilidade a muitas substâncias e ao mesmo tempo por ser não tóxico o que o torna um polímero adequado para a liberação controlada de substâncias encapsuladas (SINHA et al., 2004).



**Figura 5** – Molécula de poli(ε-caprolactona).

## 2.4 ÓLEO DE MARACUJÁ

A palavra maracujá é uma designação indígena, de origem tupi, e significa “alimento em forma de cuia”. O maracujazeiro pertence à família *Passifloraceae*, que se encontra distribuída nos trópicos e regiões temperadas, é composta por 18 gêneros e mais de 630 espécies. O gênero economicamente mais importante é o *Passiflora*, o qual possui 129 espécies conhecidas, nativas do Brasil, das quais 83 são endêmicas, podendo ser utilizadas como alimento, remédios e ornamento (CERVI et al., 2010).

As sementes do fruto de maracujá são resultantes do processamento do suco de maracujá, gerando inúmeras toneladas de resíduos a indústria, se tornando assim de interesse científico, econômico e tecnológico agregar valor a este subproduto (FERRARI, COLUSSI e AYUB., 2004). Segundo Tocchini (1994), as sementes podem ser ótimas fontes de proteínas, óleos, carboidratos, minerais, apesar de possuírem alto teor de lignina e celulose que podem limitar seu uso na alimentação animal.

Pode ser extraído da semente de maracujá o óleo, que possui alto teor de ácidos graxos insaturados, seu rendimento pode atingir em torno de 25,7% do peso do farelo seco obtido (BENEVIDES, 2009). Em um estudo sobre a composição do óleo das sementes de maracujá (*Passiflora edulis*, *Passiflora edulis f. flavicarpa* e *Passiflora foetida*), se observou a presença de 22 a 28% de óleo e que os ácidos graxos mais importantes foram o linoleico (55 a 66%), o oleico (18 a 20%) e o ácido palmítico (10 a 14%). O conteúdo de ácido linolênico foi considerado baixo (0,8 a 1,1%) (INFORME AGROPECUÁRIO, 2000).

O óleo de maracujá possui uma variada aplicação na indústria cosmética: cremes, xampus, loções, óleos, sabonetes. Pode também ser utilizado tanto na alimentação humana e animal, quanto na indústria de tintas, sabões, alimentos e outras (CAMPRESTRE IND. E COM. DE ÓLEOS VEGETAIS, S/D). Possui sabor agradável, odor suave e coloração amarela e as seguintes características físico-químicas: baixa secatividade, médio índice de saponificação e baixa estabilidade, sendo suscetível a rancidez oxidativa devido ao grande conteúdo de ácido linoléico (MEDINA et al., 1980). Uma alternativa para evitar a exposição do óleo para o ar atmosférico, que gera sabores e odores desagradáveis devido a oxidação de lipídios e aumentando assim a estabilidade do óleo é através da técnica de microencapsulamento.

### 3 OBJETIVOS

#### 3.1 OBJETIVO GERAL

Obter microcápsulas de poli(caprolactona) (PCL) contendo óleo de maracujá.

#### 3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Determinar o rendimento da extração do óleo da semente de maracujá.
- Caracterizar o diâmetro médio das microcápsulas produzidas por emulsificação/evaporação de solvente.
- Determinar a interação do óleo com a casca polimérica por FTIR.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 MATERIAIS

Foram utilizados os seguintes materiais para a produção das microcápsulas: O polímero Poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PHB Industrial), os solventes diclorometano (Proquímios), hexano (Vetec) e os surfactantes gelatina e Tween 80 (Dinâmica Química Contemporânea Ltda). O óleo de maracujá utilizado foi obtido a partir da extração das sementes de maracujá. Para as análises de FTIR foi empregado brometo de potássio (KBr, Sigma Aldrich).

### 4.2 OBTENÇÃO DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ

#### 4.2.1 PREPARAÇÃO DAS SEMENTES DE MARACUJÁ

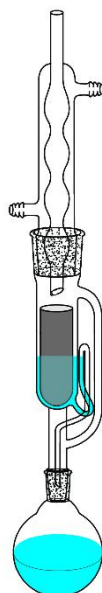
As frutas foram adquiridas no mercado local de Campo Mourão em fevereiro de 2014. Em seguida foram cortadas, as sementes separadas da polpa e limpas com água corrente. Então as mesmas foram colocadas em uma bandeja de alumínio e levadas à estufa de convecção forçada a 60 °C durante 5 h. Após secas as sementes foram armazenadas em um congelador. As sementes foram trituradas ainda congeladas em moinho de bancada (Marconi) com classificação de saída do material triturado Mesh 20 (0,85 mm). As amostras trituradas foram armazenadas em congelador.

A umidade das sementes trituradas foi então determinada em estufa a 105 °C por 24 h pelo método AOCS Bc 2-49 (AOCS, 1990). A massa das sementes anterior ao procedimento foi determinada como  $m_i$  (g) e após a secagem como  $m_f$  (g) e a umidade foi então calculada com a Equação 1.

$$U\% = \frac{(m_i - m_f).100}{m_i} \quad \text{Eq. (1)}$$

#### 4.2.2 EXTRAÇÃO DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ

Para obtenção do óleo da semente do maracujá foi utilizado um extrator soxhlet (Figura 6), onde hexano foi utilizado como solvente (FERRARI, COLUSSI e AYUB, 2004).



**Figura 6** - Esquema do extrator soxhlet utilizado para obtenção do óleo de semente de maracujá.

Para aquecimento do balão uma manta de aquecimento (Edulab) foi utilizada e para resfriamento do condensador um banho termostático (Quimis) foi mantido a 15 °C. A amostra de sementes trituradas foi inserida e a massa foi medida ( $m_s$ ) em um cartucho de papel filtro, previamente seco em estufa e de massa conhecida, que por sua vez foi inserido no copo de extração do soxhlet. A extração foi mantida por três horas e após este período o solvente foi evaporado em rota evaporador (Tecnal) obtendo-se por fim o óleo que finalmente foi pesado ( $m_o$ ). O rendimento da extração (R%) foi obtido com a Equação 2.

$$R\% = \frac{m_o \cdot 100}{m_s} \quad \text{Eq. (2)}$$

### 4.3 OBTENÇÃO DAS MICROCAPSULAS

A obtenção das micropartículas foi feita de acordo com a metodologia descrita por Chen, Bei e Wang (2000) com algumas modificações. O polímero poli( $\epsilon$ -caprolactona) (PCL) (1g) e o óleo de maracujá (0,5 g) foram dissolvidos no solvente orgânico diclorometano (20 g), seguido de emulsificação em uma solução aquosa (200 mL), contendo os surfatantes Tween 80 (0,05%<sub>op/v</sub>) e gelatina (1%<sub>op/v</sub>) previamente solubilizados. A emulsão formada foi mantida em capela sob agitação mecânica em um béquer durante 18 h à temperatura ambiente para evaporação do solvente e formação das microcapsulas. Na Tabela 1 são apresentadas as condições experimentais, sendo que cada experimento foi realizado em duplicata.

**Tabela 1-** Condições experimentais utilizadas para obtenção das microcapsulas.

<b>Experimento</b>	<b>Rotação (RPM)</b>	<b>Massa de óleo (g)</b>
<b>MOMB</b>	500	0,0
<b>MOML</b>	500	0,5
<b>MOMH</b>	1000	0,5

Onde:

MOMB: micropartículas de óleo de maracujá – branco;

MOML: microcapsulas de óleo de maracujá, baixa rotação;

MOMH: microcapsulas de óleo de maracujá a alta rotação.

### 4.4 DETERMINAÇÃO DO TAMANHO DAS MICROCAPSULAS POR MICROSCOPIA ÓTICA

Para obtenção do tamanho das micropartículas os diâmetros das mesmas foram determinados através das imagens obtidas no microscópio ótico (Bioval, modelo L-2000A) com o uso do software Size Meter (LEIMANN et al., 2008). Pelo menos 300 medidas de tamanho foram tomadas para cada amostra. As imagens forma obtidas com aumento de 40 e 100 vezes.



#### 4.5 DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS MICROCÁPSULAS

A distribuição de tamanho das microcápsulas foi determinada por meio da construção de histogramas. Os percentuais de microcápsulas foram classificados em faixas de tamanho variando de: 0 a 50  $\mu\text{m}$ , 50 a 100  $\mu\text{m}$ , 100 a 300  $\mu\text{m}$ , 300 a 600  $\mu\text{m}$ , 600 a 900  $\mu\text{m}$ , 900 a 1.000  $\mu\text{m}$  e 1.000 a 1.500  $\mu\text{m}$ .

Também foi utilizada para análise de distribuição de tamanhos o índice de polidispersão (IPD) (LEIMANN et al., 2013; VEIGA, 2014). Para tanto foi utilizada a Equação 3, onde  $\mu$  representa o diâmetro médio ( $\mu\text{m}$ ) e  $\sigma$  o respectivo desvio padrão ( $\mu\text{m}$ ).

$$IPD = \frac{\mu^2}{\sigma^2} \quad \text{Eq. (3)}$$

#### 4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Tanto as médias de diâmetro obtidas para cada experimento quanto os IPDs foram submetidos ao *Teste-t Student* (95% de significância) utilizando o software Statistica 7.0.

#### 4.7 DETERMINAÇÃO DA INTERAÇÃO DO ÓLEO COM A CASCA POLIMÉRICA POR FTIR

Para a análise de FTIR as microcápsulas foram liofilizadas (Liotop L101). Também foram analisados os componentes puros (PCL, gelatina, Tween 80 e óleo da semente de maracujá) para comparação. Brometo de potássio (KBr) foi triturado juntamente com as amostras a serem analisadas em almofariz. Em seguida as misturas previamente trituradas foram inseridas em pastilhador e prensadas em prensa hidráulica (Bovenau, P15 ST) a 7 kgf. Finalmente os espectros foram obtidos na faixa de 4000-400  $\text{cm}^{-1}$  utilizando 32 acumulações e resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  em espectrômetro Shimadzu (IR AFFINITY-1).

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

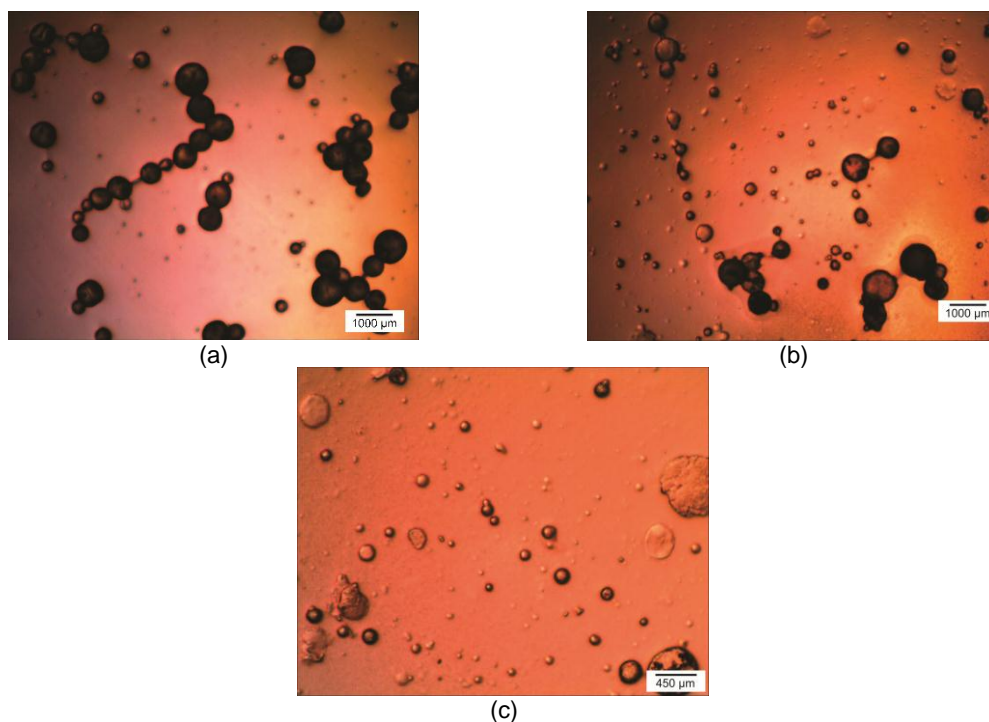
### 5.1 RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DO ÓLEO DA SEMENTE DE MARACUJÁ

A umidade da semente é importante para determinação do rendimento do óleo obtido (SOUZA, 1974). A umidade obtida na determinação foi de 7,17%. O resultado obtido foi menor que apresentado no trabalho de Oliveira, Regis e Rezende (2011) que obtiveram umidade das sementes nos frutos maduros de 14,83%, devido à secagem em estufa após a lavagem das sementes que reduziu a umidade inicial.

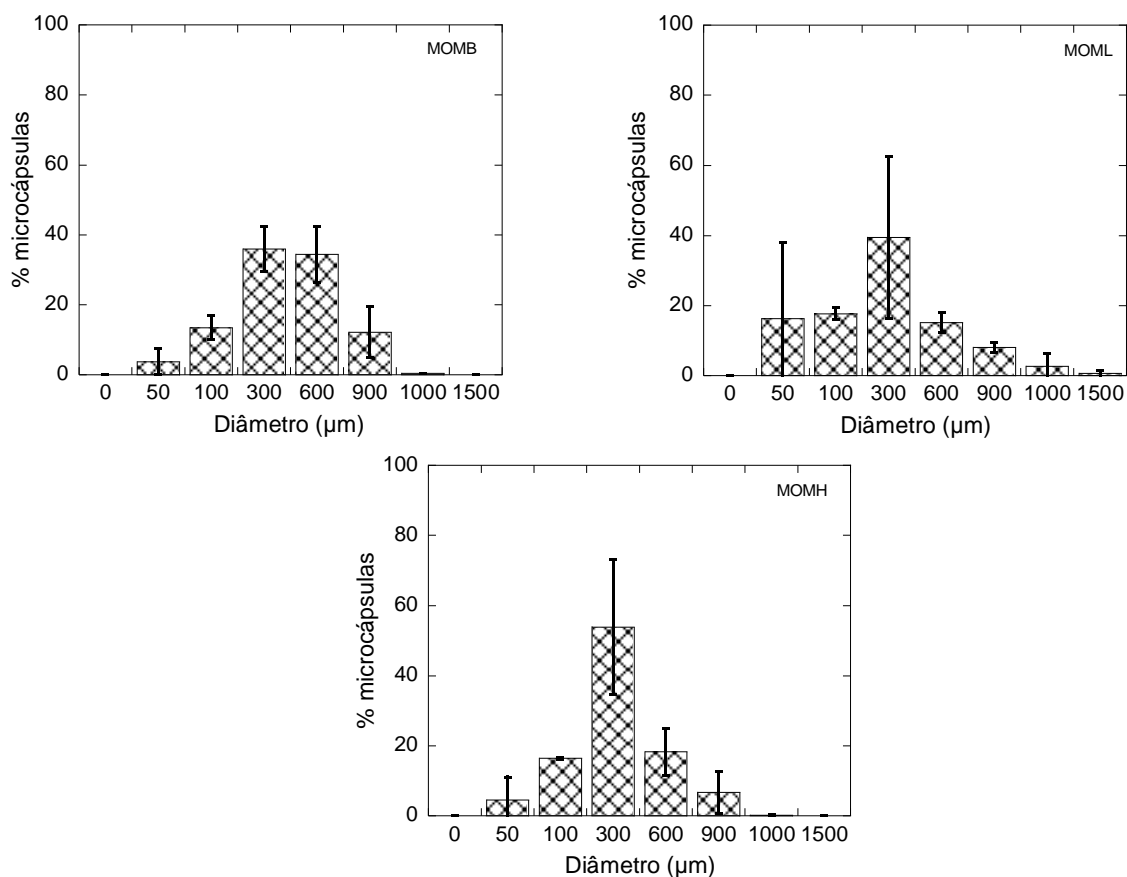
Na extração do óleo da semente de maracujá obteve-se um rendimento de 29,5% a partir da massa seca das sementes. O valor obtido está acima do obtido por outros autores. Ferrari, Colussi e Ayub (2004) obtiveram por extração Soxhlet um rendimento igual a 25,7%, já Liu et al. (2009) e Zahedi e Azarpour (2011) que realizaram extrações com CO<sub>2</sub> supercrítico obtiveram rendimentos otimizados iguais a 25,83 e 25,76% respectivamente. Possivelmente o maior rendimento no presente trabalho possa ser explicado pelo pré-tratamento de secagem das sementes após a sua remoção da fruta. Charles e Simon (1990) obtiveram um rendimento maior na extração de óleo essencial de manjeriço em amostras previamente secas do que das folhas frescas.

### 5.2 DIÂMETRO MÉDIO E DISTRIBUIÇÃO DE TAMANHO DAS MICROCAPSULAS

As imagens das microcápsulas de PCL contendo óleo de sementes de maracujá foram obtidas por microscopia ótica. Na Figura 7 são apresentadas imagens representativas de cada experimento e na Figura 8 estão apresentados os histogramas de distribuição de tamanhos para os três experimentos avaliados.



**Figura 7** – Micrografias das microcápsulas obtidas nas seguintes condições (a) MOMB (500 RPM, sem óleo-branco); (b) MOML (500 RPM, 0,5 g óleo) e (c) MOMH (1000 RPM, 0,5 g óleo).



**Figura 8** - Histogramas com a distribuição do tamanho das microcápsulas MOMB (Branco, 500 RPM); MOML (500 RPM, 0,5 g óleo); MOMH (1000 RPM, 0,5 g óleo).

Em todos os experimentos, como pode ser observado na Figura 7, as microcápsulas apresentaram forma esférica bem definida. De acordo com os histogramas apresentados na Figura 8, pode se notar que a faixa com maior frequência de diâmetro foi a de 300  $\mu\text{m}$ , em todos os casos, além de distribuições monomodais.

Avaliando o efeito da taxa de agitação (MOML e MOMH) foi possível observar que com maior rotação a distribuição de tamanho ficou mais estreita. Segundo Liao et al., (2010), com o aumento da velocidade de agitação, o diâmetro médio das microcápsulas tendem a diminuir e sua distribuição de tamanho torna-se mais estreita. De acordo com Bachtisi, Boutris e Kiparissides (1996), em geral o diâmetro médio das gotas de fase orgânica em uma dispersão líquido-líquido é determinado pelo balanço entre as forças turbulentas, que tendem a quebrar as gotas, e a tensão interfacial e forças viscosas, que tendem a manter as gotas unidas, ou seja coalescer. A coalescência ocorre quando a energia de adesão entre duas gotas é igual ou maior que a energia turbulenta causadora da dispersão (SHINNAR e CHURCH, 1960). É aparente que com o aumento da agitação a distribuição de tamanhos muda para diâmetros menores já que a energia cinética turbulenta associada com a ruptura das gotas aumenta. Ou seja, os diâmetros que foram detectados nas faixas acima de 900  $\mu\text{m}$  no experimento MOML não puderam ser observadas no experimento MOMH devido à redução de tamanho causada pela elevação da taxa de agitação.

Quanto ao efeito da viscosidade da fase orgânica (MOMB e MOML), quando a taxa de agitação foi mantida constante, é possível observar que com a adição de óleo da semente de maracujá na formulação (MOML) houve um aumento na fração de microcápsulas menores que 100  $\mu\text{m}$ . Hall et al. (2011) avaliaram o mecanismo de ruptura de gotas de silicone de diferentes viscosidades em fase aquosa e observaram que o tamanho das gotas aumentava com o aumento da viscosidade da fase dispersa. Sathyagal, Ramkrishna e Narsimhan (1995) também observaram que com o aumento da taxa de agitação a taxa de ruptura das gotas de fase orgânica aumentava significativamente, ou seja, tamanhos menores eram obtidos. Também observaram que a taxa de ruptura diminuía com o aumento na viscosidade da fase dispersa, porém a dependência da viscosidade era mais fraca do que as demais variáveis avaliadas.

Nas Tabelas 2 e 3 são apresentados os diâmetros médios ( $D_p$ ), os respectivos desvios padrões ( $\sigma$ ), índices de polidispersão (IPD), bem como os resultados da análise estatística aplicada aos resultados.

**Tabela 2-** Análise estatística do efeito da viscosidade da fase orgânica no diâmetro médio ( $D_p$ ), desvio padrão ( $\sigma$ ) e índice de polidispersão (IPD) das microcápsulas: MOMB (branco, 500 RPM) e MOML (0,5 g óleo 500 RPM).

Experimento	$D_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )	IPD (-)	p ( $D_p$ )	p (IPD)
MOMB	278,8	11,9	2,4	0,0191	0,2598
MOML	137,4	51,4	1,3		

\*Teste t de Student (95% confiança).

**Tabela 3-** Análise estatística do efeito da taxa de agitação no diâmetro médio ( $D_p$ ), desvio padrão ( $\sigma$ ) e índice de polidispersão (IPD) das microcápsulas: MOML (0,5 g óleo, 500 RPM) e MOMH (0,5 g óleo 1.000 RPM).

Experimento	$D_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$\sigma$ ( $\mu\text{m}$ )	IPD (-)	p ( $D_p$ )	p (IPD)
MOML	137,4	51,4	1,3	0,8485	0,4513
MOMH	180,5	4,8	1,9		

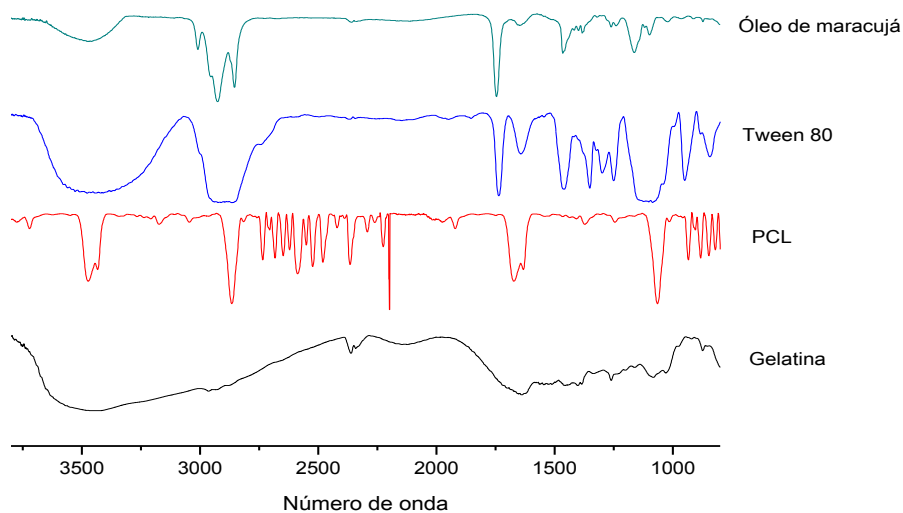
\*Teste t de Student (95% confiança).

É possível observar que a única diferença significativa observada para as variáveis analisadas foi da viscosidade da fase orgânica no diâmetro médio das microcápsulas (MOMB e MOML). Apesar de Sathyagal, Ramkrishna e Narsimhan (1995) afirmarem que o efeito da viscosidade é menor, o comportamento do sistema avaliado no presente trabalho foi contrário. Possivelmente isso se deve a diferenças entre os estabilizantes utilizados, dimensões do vaso de agitação e do dispersor, etc. O tamanho das microcápsulas pode ser influenciado por vários fatores, como a geometria da hélice utilizada, a velocidade de agitação, a temperatura da reação, o tipo de surfactante utilizado, dentre outros fatores (HUANG e YANG., 2011).

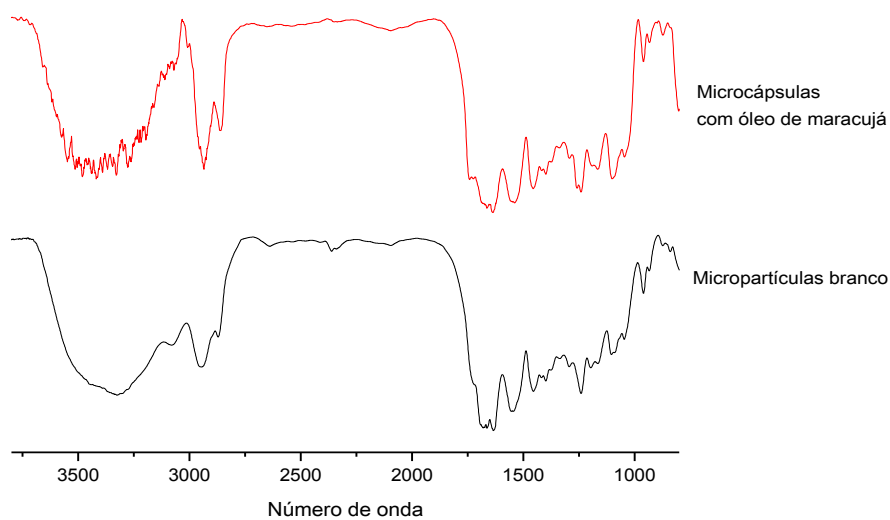
### 5.3 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER

As análises de FTIR foram realizadas para verificar se houve a interação do óleo de maracujá com a casca polimérica. Na Figura 9 são apresentados os espectros de infravermelho dos componentes puros das microcápsulas e na Figura 10 estão apresentados os espectros de infravermelho das microcápsulas contendo

óleo de maracujá e micropartículas branco. Na Tabela 4 estão descritas as localizações das bandas identificadas nos espectros.



**Figura 9** – Espectros de Infravermelho dos componentes puros utilizados na preparação das microcápsulas.



**Figura 10** – Espectros de Infravermelho das microcápsulas com óleo de maracujá e micropartículas branco.

**Tabela 4-** Bandas identificadas nos espectros de infravermelho dos componentes puros, microcápsulas e micropartículas branco.

Componente	Banda (cm <sup>-1</sup> )	Ligações	Composto característico/grupamento
Óleo de Maracujá	3.009	Estiramento CH	
	2.900	-CO-OH	Ácidos carboxílicos
	1.745	Estiramento C=O	
	1.163	Estiramento C-O	
Tween 80	3.409	O-H	Álcoois
	2.860	-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.736	C=O	Anidritos cíclicos
	1.459	-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.643	C=C	Vinila
	1.085	CH-OH	Álcoois secundários
PCL	2.953	-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.730	-CO-OH	Ácidos carboxílicos
	1.047	CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub>	Éteres alifáticos
Gelatina	3.452	-CO-NH <sub>2</sub>	Amida
	2.903	CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub>	Aminas primárias
	1.642	-CO-NR-R	Amida monossubstituída
		-CO-NR <sub>2</sub>	Amida dissusstituída
		CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub>	Aminas primárias
		-CO-NH <sub>2</sub>	Amida
	1261	CH <sub>2</sub> -NH-CH <sub>2</sub>	Aminas secundárias
	1085		
1030	CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub>	Aminas primárias	
874			
Microcápsulas com óleo de maracujá	3.200	O-H	Álcoois
	2.935	-CO-OH	Ácidos carboxílicos
		-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.637	-CO-NH <sub>2</sub>	Amida
	1.548	-CO-NH-R	Amida monossusstituída
	1.455	-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.241	-CH <sub>2</sub> -CO-O-R	Acetatos
960	CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub>	Aminas Primárias	
Micropartículas branco	3.250	O-H	Álcoois
	3.080	-CO-NH-R	Amida monossusstituída
	2.948	-CO-OH	Ácidos carboxílicos
		-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.635	-CO-NH <sub>2</sub>	Amida
	1.552	-CO-NH-R	Amida monossusstituída
	1.455	-CH <sub>2</sub> -	Metileno
	1.241	-CH <sub>2</sub> -CO-O-R	Acetatos
960	CH <sub>2</sub> -NH <sub>2</sub>	Aminas Primárias	

Através da análise da Figura 9 foi possível identificar as bandas referentes as ligações químicas presentes nas estruturas de cada componente das formulações. O óleo de maracujá é composto por uma mistura de diferentes componentes. Ferrari, Colussi e Ayub (2004) determinaram um alto teor de ácidos graxos na composição do óleo da semente de maracujá. Os autores verificaram que aproximadamente 68% destes era composta por ácido linoleico (C18:2). A banda

localizada em  $2.900\text{ cm}^{-1}$  no espectro do óleo de maracujá (Figura 9) é referente ao grupamento ácido carboxílico dos ácidos graxos presentes no óleo.

Na Figura 10 pode-se notar que há um aumento na intensidade da banda localizada em  $2.900\text{ cm}^{-1}$  (ácido carboxílico) que indica a presença do óleo de maracujá nas microcápsulas. Além disso houve um deslocamento da região localizada entre  $1.500$  e  $1.750\text{ cm}^{-1}$  para a esquerda. Isso é um indicativo de que existe interação entre o PCL e o óleo de maracujá. Liu, Xiao e Allen (2003) afirmam que a presença de mudanças ou alterações nos espectros de polímero-compostos encapsulados representa uma indicação de que existe interação entre os mesmos. A interação entre o composto encapsulado e a parede polimérica é de grande importância para a etapa de liberação controlada do composto encapsulado. De acordo com Huang e Brazel (2001) quando não há interação entre os componentes a liberação ocorre quase que de imediato (*Burst release*).



## 6 CONCLUSÃO

O rendimento de extração do óleo obtido a partir da semente de maracujá foram satisfatório, obtendo um rendimento acima que outros autores, devido ao pré-tratamento de secagem que as semente receberam após sua remoção das frutas. Microcápsulas de poli( $\epsilon$ -caprolactona) contendo óleo de sementes de maracujá foram produzidas com sucesso pela técnica de emulsificação/evaporação do solvente. As microcápsulas apresentaram morfologia esférica e distribuições de tamanhos monomodais. Os diâmetros médios foram afetados significativamente pela viscosidade da fase orgânica, o que não ocorreu com a taxa de agitação. Com a análise dos espectros de infravermelho foi possível verificar interações entre a parede polimérica e o óleo das sementes de maracujá, indicando que a liberação do óleo a partir das microcápsulas pode ser controlada.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se que em trabalhos futuros sejam investigados:

- O efeito do tipo e concentração de surfactante no diâmetro médio das microcápsulas;
- A composição do óleo de sementes de maracujá;
- A atividade antioxidante do óleo bem como das microcápsulas;
- Microscopia Eletrônica de Varredura para caracterização da morfologia da superfície das microcápsulas;
- Caracterização das propriedades térmicas das microcápsulas por Calorimetria Diferencial de Varredura;
- Liberação controlada do óleo de sementes de maracujá a partir das microcápsulas de PCL.

## 8 REFERÊNCIAS

AHSAN, F. I. P.; RIVAS, M. A.; KHAN; A. I.; TORRES SUAREZ, J. Targeting to macrophages: role of physicochemical properties of particulate carriers - liposomes and microspheres - on the phagocytosis by macrophages. **Journal Control. Release.** 29-40. S/D.

AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY. Official methods and recommended practices. 4. ed. **Champaign**, 1990. v. 2.

ASTOLFI, F. Z.; SOUZA, A. C.; REIPERT, E. C. D.; TELIS, V. R. N. Encapsulação de suco de maracujá por co-cristalização com sacarose: cinética de cristalização e propriedades físicas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 4, p. 795-801, 2005.

BACHTSI, A. R.; BOUTRIS, C. J.; KIPARISSIDES, C. Production of oil-containing crosslinked poly (vinyl alcohol) microcapsules by phase separation: Effect of process parameters on the capsule size distribution. **Journal of applied polymer science**, v. 60, n. 1, p. 9-20, 1996.

BARBOZA, F. M.; MACHADO, W. M.; OLCHANHESKI, L. R. J.; PAULA, J. P. de.; ZAWADZKI, S. F.; FARAGO, P. V. PCL/PHBV Microparticles as Innovative Carriers for Oral Controlled Release of Manidipine Dihydrochloride. **The Scientific World Journal**. Article ID 268107. 2014.

BENEVIDES, A. A., DUARTE, M. A. **Aproveitamento integral do maracujá-azedo (*Passiflora edulis Sims f. flavicarpa Deg*) para produção de doce diet**. Centro Universitário de Várzea Grande (UNIVAG), Várzea Grande - MT, 2009

CAMPRESTRE IND. E COM. DE ÓLEOS VEGETAIS. **Óleo de Maracujá**. S/D. Disponível em: < <http://www.campestre.com.br/oleo-de-maracuja.shtml> >. Acesso em: 06 jan. 2014.

CARVALHO, J. S. R. Encapsulamento de óleo essencial de *origanum virens* L. em matrizes de gelatina e gelatina/sacarose. **Dissertação de Mestrado em Engenharia**

**Alimentar**, Instituto Superior de Agronomia, Universidade Técnica de Lisboa, Lisboa, 2009.

CERVI, A. C.; AZEVEDO, M. A. M.; BERNACCI, L. C. Passifloraceae. In FORZZA, R.F. et al (Ed). **Catálogo de plantas e fungos do Brasil**. Rio de Janeiro: Jardim Botânico do Rio de Janeiro. v. 2, p.1432-1436, 2010.

CHAMPAGNE C.P.; FUSTIER P. **Microencapsulation for the improved delivery of bioactive compounds into foods**. Current Opinion in Biotechnology, v.18, p.184-190, 2007. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0958166907000328>>. Acesso em: 02 jun. 2014.

CHARLES, D. J., SIMON, J. E. **Comparison of Extraction Methods for the Rapid Determination of Essential Oil Content and Composition of Basil**. Department of Horticulture, Purdue University, West Lafayette, 1990.

CHEN, D. R., BEI, J.Z. e WANG, S.G. Polycaprolactone microparticles and their biodegradation. (2000). **Institute of Chemistry**, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080, China.

CLARK, J. P. **Food encapsulation: capturing one substance by another**. Food Technology, v.56, n.11, p.63-65, 2002.

COMPANHIA DE ENTREPÓSITO E ARMAZÉNS GERAIS DE SÃO PAULO – CEAGESP **Informativo**. 2001. Disponível em <<http://www.ceagesp.gov.br>>. Acesso em: 03 jan. 2014.

FARMACOPÉIA PORTUGUESA, 7 ed. Infarmed,Lisboa, 2003.

FENG, J. et al. **The Surfactant Tween 80 Enhances Biodesulfurization**. Appl Environ Microbiol 2006.

FERRARI, R. A., COLUSSI, F., AYUB, R. A. Caracterização de Subprodutos da Industrialização do Maracujá: Aproveitamento das Sementes. **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal - SP, v. 26, n. 1, p. 101-102, 2004.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. 2013. **A microencapsulação a serviço da indústria alimentícia**. Disponível em:< <http://www.revista-fi.com/materias/319.pdf>>. Acesso em: jun. 2014.

FREITAS, S.; MERKLE, H. P.; GANDER, B. Microencapsulation by solvent extraction/evaporation: reviewing the state of the art of microsphere preparation process technology. **Journal of controlled release** 102, 2005, p. 313-332.

GUZMAN M.; MOLPECERES J.; GARCIA F.; ABERTURAS M. R. Preparation, characterization and in vitro drug release of poly-epsilon-caprolactone and hydroxypropyl methylcellulose phthalate Ketoprofen loaded microspheres. **Journal of Microencapsulation** 13: 25-39, 1996.

HALL, S., COOKE, M., EL-HAMOUZ, A. KOWALSKI, A. J. Droplet break-up by in-line Silverson rotor–stator mixer. **Chemical Engineering Science**, 2011.

HE, P, S S DAVIS, e L ILLUM. Chitosan microspheres prepared by spray drying. **International Journal of Pharmaceutics**. 53-65, 1999.

HUANG, M.; YANG, J. Facile microencapsulation of HDI for self-healing anticorrosion coatings. **Journal of Materials Chemistry**, v. 21, n. 30, p. 11013-11440, 2011.

HUANG, X., BRAZEL, C. S. On the importance and mechanisms of burst release in matrix-controlled drug delivery systems. **Department of Chemical Engineering**, The University of Alabama, A127 Bevill Research Center, Tuscaloosa, USA, 2001.

INFORME AGROPECUÁRIO. Belo Horizonte, v. 21, n. 206, p. 84-85, set./out. 2000.

LEIMANN, F. V.; CARDOZO-FILHO, L.; SAYER, C.; ARAÚJO, P. H. H. Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) nanoparticles prepared by a miniemulsion/solvent evaporation technique. Effect of PHBV molar mass and concentration. **Brazilian Journal of Chemical Engineering**. v. 30, n. 02, pp. 369-377, 2013.

LEIMANN, F. V. Microencapsulação de óleo essencial de capim limão utilizando o processo de coacervação simples. **Dissertação de Mestrado - Universidade Federal de Santa Catarina**. SC, 2008.

LIAO, L.; ZHANG, W.; ZHAO Y.; LI, W. **Preparation and Characterization of Microcapsules for Self-healing Materials**. Chem. Res. Chinese universities, 2010.

LIU, J.; XIAO, Y.; ALLEN, C. Polymer–Drug Compatibility: A Guide to the Development of Delivery Systems for the Anticancer Agent, Ellipticine. **Department of Pharmaceutical Sciences**, University of Toronto, Toronto, Canada, 2003.

LIU, S.; YANG, F., ZHANG, C. HONG, P., DENG, C. Optimization of process parameters for supercritical carbon dioxide extraction of *Passiflora* seed oil by response surface methodology. **The Journal of Supercritical Fluids**, 2009.

MARCUZZO, L. C. Obtenção, caracterização e aplicação de microcápsulas em espumas de poliuretano visando o conforto térmico para potencial uso na tecnologia assistiva. **Dissertação de mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul**, 2012.

MEDINA, J. C.; GARCIA, J. L. M.; KATO, K.; MARTÍN,Z. J. de; VIEIRA, L. F.; ERNESTO, O. V. **Goiaba: da cultura ao processamento e comercialização**. São Paulo: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1978. cap. 3. (Série Frutas Tropicais, 6).

OBEIDAT, W. M. Recent patents in microencapsulation of pharmaceuticals using the emulsion solvent removal methods. **Recent Patents on Drug Delivery & Formulation** v. 3, p. 178-192, 2009.

OLIVEIRA, E. M. de.; REGIS, S. A.; RESENDE, E. D. **Caracterização dos resíduos da polpa do maracujá-amarelo**. Ciência Rural. Santa Maria, 2011.

REIS, S. **Extrair óleos naturais**. 2006. Disponível em: <[http://www.ctaa.embrapa.br/projetos/maracuja/downloads/apresentacoes/extrair\\_oleos\\_naturais\\_sandro.pdf](http://www.ctaa.embrapa.br/projetos/maracuja/downloads/apresentacoes/extrair_oleos_naturais_sandro.pdf)>. Acesso em: 02 jul. 2014.

REN, P. W., JU X.J., XIE, R., CHU, L.Y. Monodisperse alginate microcapsules with oil core generated from a microfluidic device. **Journal of Colloid and Interface Science**, 2010.

SANTOS, A. B., FERREIRA, V. P., GROSSO, C. R. F. **Microcápsulas, uma alternativa viável**. S/D. Disponível em: <

[http://www.bioteecnologia.com.br/revista/bio16/16\\_micro.pdf](http://www.bioteecnologia.com.br/revista/bio16/16_micro.pdf)>. Acesso em: 01 jul. 2014.

SATHYAGAL, A. N., RAMKRISHNA, D., NARSIMHAN, G. **Droplet breakage in stirred dispersions. Breakage functions from experimental drop-size distributions.** Department of Agricultural Engineering, Purdue University, West Lafayette, U.S.A., 1995.

SHAHANI, K.; PANYAM, J. Highly Loaded, Sustained-Release Microparticles of Curcumin for Chemoprevention. **Journal of Pharmaceutical Sciences**, vol. 100, No. 7, jul. 2011.

SHENOY, D. B., D'SOUZA, R. J., TIWARI, S. B., UDUPA, N. Potential applications of polymeric microsphere suspension as subcutaneous depot for insulin. **Drug Dev. Ind. Pharm.** 29, 555–563, 2003.

SHINNAR, R.; CHURCH, J.M. Predicting particle size in agitated dispersions. **Ind.Engng Chem**, 52, 1960.

SINHA, V. R.; BANSAL, K.; KAUSHIK, R.; KUMRIA, R.; TREHAN, A. Poly-ε-caprolactone microspheres and nanospheres: an overview. **International Journal of Pharmaceutics** 278 (2004), p. 01-23.

SOUZA JÚNIOR, A. J. Considerações sobre o aproveitamento das sementes de citros. **Boletim do Instituto de Tecnologia de Alimentos**, Campinas, n. 39, p. 3-24, set. 1974.

SUAVE, J., DALL'AGNOL, E. C., PEZZIN, A. P. T, SILVA, D. A. K., MEIER, M. M.; SOLDI, V. Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Health and Environment Journal**, 2006.

TOCCHINI, R. P. **III Processamento: produtos, caracterização e utilização.**In: **Maracujá: cultura, matéria-prima e aspectos econômicos.** 2. ed. Revista e ampliada. Campinas: Ital, 1994. p. 161-175.

VEIGA, C. C. **Encapsulamento de óleo de café em microcápsulas de gelatina/goma arábica reticuladas por transglutaminase.** 2014. 44 f. Trabalho de

Conclusão de Curso (Tecnologia em Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Campo Mourão, 2014.

VENKATESAN, P.; MANAVALAN, R.; VALLIAPPAN, K. Microencapsulation: a vital technique in novel drug delivery system. **Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, 1(4), pp. 26-65. 2009.

VIEIRA, M.A.R. **Caracterização dos ácidos graxos das sementes e compostos voláteis os frutos de espécies do gênero *Passiflora***. 2006. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Faculdade de Ciências Agrônômicas *campus* Botucatu. Disponível em: < <http://www.pg.fca.unesp.br/Teses/PDFs/Arq0101.pdf>>. Acesso em: 02 jul. 2014.

YADAV, G.D., JADHAV, Y.B., 2003. Cascade engineered phase transfer catalysis: a novel concept in green chemistry. **Clean Technologies and Environmental Policy** 6 (1),32–42.

YANG, Y. Y., CHUNG, T. S., PING N. G. **Morphology, drug distribution, and in vitro release profiles of biodegradable polymeric microspheres containing protein fabricated by double-emulsion solvent extraction/evaporation method**. *Biomaterials* 22, 231–241, 2001.

YOU, M.; ZHANG, X. X.; WANG, X. C.; ZHANG, L.; WEN, W. Effects of type and contents of microencapsulated n-alkanes on properties of soft polyurethane foams. **Thermochimica Acta**, 2010.

WEISZHÁR, Z.; CZÚCZ, J.; RÉVÉSZ, C.; ROSIVALL, L.; SZEBENI, J.; ROZSNYAY, Z. Complement activation by polyethoxylated pharmaceutical surfactants: Cremophor-EL, Tween-80 and Tween-20. **European Journal of Pharmaceutical Sciences** 45, 492–498, 2012.

ZAHEDI, G., AZARPOUR, A. Optimization of supercritical carbon dioxide extraction of *Passiflora* seed oil. **The Journal of Supercritical Fluids**, 2011.

ZANETTI, B. G.; SOLDI, V.; LEMOS-SENNA, E. Efeito da adição de polietilenoglicóis nas formulações de microesferas de acetobutirano de celulose sobre a eficiência de



encapsulação da carbamazepina e morfologia das partículas. **Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences**, 38 (2), pp. 229-236, 2002.

ZULIAN, L. M. I. Micropartículas de p(HBHV) e de blendas de p(HBHV): PCL contend dexametasona ou acetate de dexametasona como modelos de fármacos: caracterização física-química e perfis de liberação in vitro. **Dissertação de mestrado – Universidade Federal do Rio Grande do Sul**, 2006.