

## MORFOLOGIA, ÂNGULO DE CONTATO E ATIVIDADE ANTIOXIDANTE DE NANOFIBRAS DE AMIDO DE MANDIOCA CONTENDO ÓLEO ESSENCIAL DE CAPIM-LIMÃO ENCAPSULADO

CAMILA DE OLIVEIRA PACHECO<sup>1</sup>; ELDER PACHECO DA CRUZ<sup>2</sup>; JULIANI BUCHVEITZ PIRES<sup>3</sup>; FELIPE NARDO DOS SANTOS<sup>4</sup>; LAURA MARTINS FONSECA<sup>5</sup>; ELESSANDRA DA ROSA ZAVAREZE<sup>6</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas - [camipachecco@gmail.com](mailto:camipachecco@gmail.com)

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas - [elder-pdc@hotmail.com](mailto:elder-pdc@hotmail.com)

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas - [juliani\\_97@hotmail.com](mailto:juliani_97@hotmail.com)

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas - [felipesantof.22@gmail.com](mailto:felipesantof.22@gmail.com)

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas - [laura\\_mfonseca@hotmail.com](mailto:laura_mfonseca@hotmail.com)

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas - [elessandrad@yahoo.com.br](mailto:elessandrad@yahoo.com.br)

### 1. INTRODUÇÃO

Os alimentos são suscetíveis a várias alterações devido a fatores físicos, químicos e/ou microbiológicos, o que pode afetar a sua qualidade e vida útil. A utilização de óleos essenciais em diversas matrizes alimentícias é uma alternativa de conservação que tem sido bastante difundida nos últimos anos. O óleo essencial de capim-limão (OEC) é caracterizado por suas propriedades antifúngicas, antibacterianas e antioxidantes (MENDES et al., 2020), o tornando promissor para a preservação dos alimentos. Em contrapartida, a utilização de óleos essenciais enfrenta limitações, visto que, apresentam instabilidade frente a fatores como temperatura, luz e oxigênio, por exemplo (KAUR e KAUR, 2021), sendo necessário pensar em alternativas capazes de proteger esses produtos, viabilizando sua utilização em alimentos. A técnica de encapsulação representa um excelente meio de proteção e liberação controlada de compostos bioativos (FONSECA et al., 2021).

A eletrofiação (do inglês *electrospinning*) faz uso da nanotecnologia e é capaz de encapsular óleos essenciais por intermédio de nanoestruturas, tais como nanofibras ou nanocápsulas. A técnica possui vantagens como baixo custo, simplicidade e versatilidade. Para a formação de fibras, na eletrofiação, são utilizadas soluções poliméricas (COELHO et al., 2021; ROSTAMBADI et al., 2020) as quais podem ser provenientes de polímeros naturais e biodegradáveis, como o amido. Fonseca et al. (2021) e Cruz et al. (2023) desenvolveram trabalhos com amido de batata e amido de batata doce, respectivamente. Os autores obtiveram resultados que evidenciaram a capacidade de proteção de compostos bioativos gerada pelas fibras formadas por eletrofiação.

A utilização de bioconservantes representa uma maneira de substituição de aditivos sintéticos que quando ingeridos a longo prazo e em grandes quantidades podem apresentar riscos à saúde do consumidor. Com isso o objetivo do trabalho foi encapsular o OEC a partir de nanofibras de amido de mandioca, matriz pouco explorada para esta finalidade na literatura, produzidas por eletrofiação como agente antioxidante.

### 2. METODOLOGIA

A produção das soluções poliméricas foi realizada de acordo com Fonseca et al. (2021). Amido de mandioca 20% (p/v) foi preparado a partir de 2 g de amido

em 10 mL de ácido fórmico 75%. A solução foi agitada por 24 h em agitador magnético (VELP Scientific, F20A017, Itália) e, logo, incorporou-se o OEC em concentração de 40% (v/p), sendo realizada a agitação por 30 min. Uma solução polimérica sem OEC (0%), foi utilizada como controle. Para a encapsulação do OEC foi utilizada a técnica de eletrofição. Para isto, a solução polimérica foi inserida no sistema em uma seringa de 3 mL conectada a uma agulha de aço inoxidável com 0,8 mm de diâmetro. A seringa foi acoplada em uma bomba de infusão (KD Scientific, Modelo 100, Holliston, Inglaterra) sendo a solução bombeada a vazão de 0,60 mL/h. As fibras produzidas foram coletadas em uma placa de aço inoxidável, posicionada a 20 cm da ponta da agulha. Os componentes do equipamento da eletrofição foram conectados a uma fonte de alimentação (Faíscas, Modelo FA+30 kV, Brasil) com tensão de 23,0 kV. A temperatura e a umidade relativa do ar foram controladas em  $22 \pm 3$  °C (ar condicionado Electrolux, Brasil) e  $45 \pm 2\%$  (desumidificador ARSEC, Modelo 160, Brasil), respectivamente.

A morfologia das nanofibras obtidas foi avaliada de acordo com o descrito por Cruz et al. (2023) a partir de microscópio eletrônico de varredura (Jeol, JSM-6610LV, EUA) com tensão de aceleração de 10 Kv e magnificação de 1,000x. Para a leitura, as fibras foram dispostas sobre um porta amostra (*stub*) de aço inoxidável, sendo revestidas com ouro por pulverização catódica (Denton Vacuum, Desk V, EUA).

Para a medição da hidrofiliabilidade as fibras foram coletadas na forma de uma membrana e a análise realizada pela determinação do ângulo de contato com água a partir de um goniômetro (Labometric, LB-DX, EUA), de acordo com a metodologia de Cruz et al. (2023) a uma temperatura de  $22 \pm 2$  °C. Para a análise uma gota de água destilada foi disposta sobre as fibras, sendo registrado o tempo de absorção da água por câmera digital. Uma foto foi registrada após 30 s, momento em que a gota permaneceu em contato com a membrana.

A atividade antioxidante foi determinada de acordo com Vinholes et al. (2011) pela capacidade de eliminação do radical de óxido nítrico (NO). As amostras foram preparadas a partir da dissolução de 5 mg de fibras em 1,5 mL de metanol (v/v). Posteriormente, 50 µL de amostra e 50 µL de nitroprussiato de sódio (20 mM) foram adicionados em uma placa de 96 poços e incubados sob abrigo da luz a 22 °C por 60 min. Foram adicionados 50 µL de ácido fosfórico (2% v/v) à solução e 50 µL de reagente de Griess. A placa foi incubada novamente sob abrigo da luz por 10 min a 22 °C sendo analisada em espectrofotômetro de placas (SpectraMaz, 190 Molecular Devices, EUA) com comprimento de onda de 562 nm.

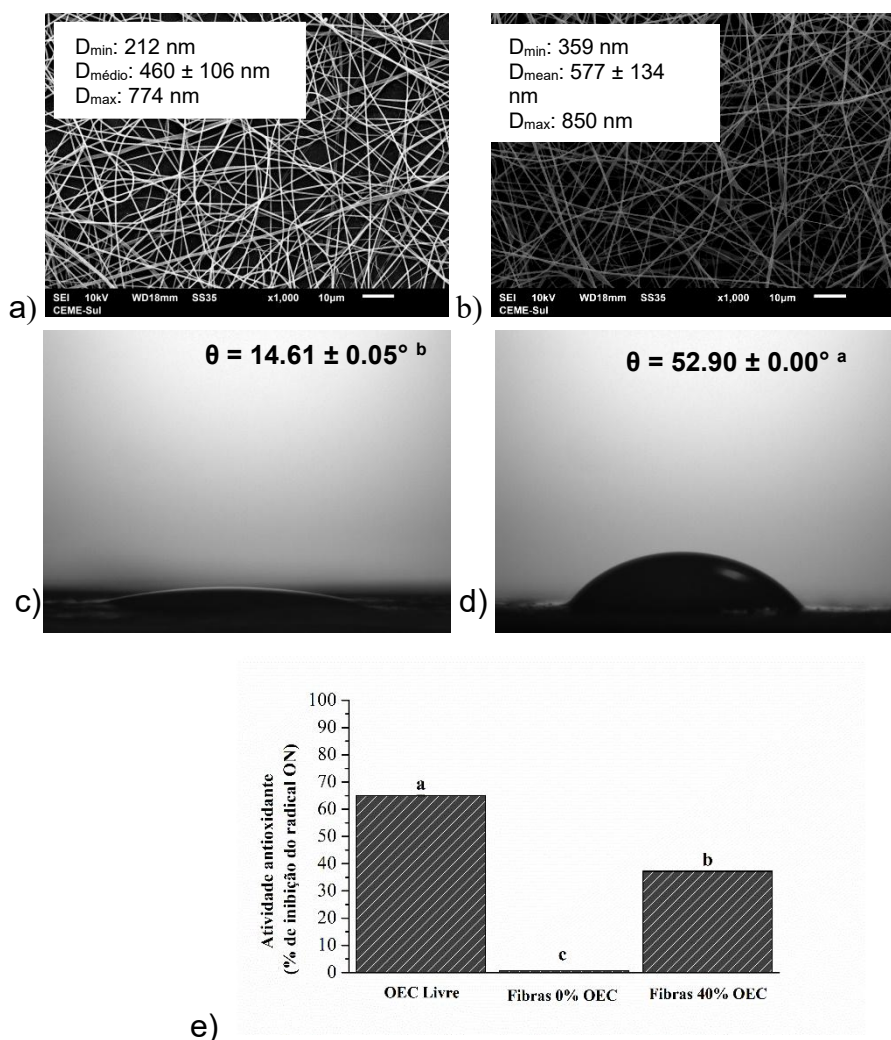
### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A morfologia das nanofibras de mandioca nas concentrações de 0 e 40% de OEC, apresentadas nas Figuras 1a e 1b, mostraram-se homogêneas, sem defeitos, cilíndricas e contínuas. A incorporação do OEC não afetou a morfologia das nanofibras formadas.

O ângulo de contato (Figuras 1c e 1d) entre a água e as membranas das nanofibras foi baixo, apresentando um aumento no ângulo com a incorporação de 40% de OEC, havendo redução da hidrofiliabilidade. Isso se explica pela natureza hidrofóbica do OEC em comparação com o amido puro. Por apresentar valores abaixo de 90° o comportamento é considerado hidrofílico, o que é favorável para a liberação de compostos bioativos das nanofibras para aplicações em matrizes alimentícias com alta atividade de água.

A atividade antioxidante pela eliminação do radical ON (Figura 1e) foi de 62,5% para o OEC livre (não encapsulado nas nanofibras de amido), sendo este valor considerado elevado. A encapsulação de 40% do óleo essencial nas nanofibras proporcionou uma atividade antioxidante de 37,2%. O radical NO deve ser inibido para evitar o surgimento de diversas doenças, pois é considerado um marcador inflamatório que, em excesso, pode prejudicar o corpo humano.

Em seus trabalhos Kieling e Prudêncio (2019) evidenciaram a elevada capacidade antioxidante proporcionada pelo OEC em razão dos seus compostos bioativos. Os resultados obtidos no presente trabalho evidenciam a sua atividade antioxidante elevada frente ao radical ON. Apesar deste potencial ter reduzido nas nanofibras em comparação a sua forma livre, quando encapsulado o OEC se mantém protegido frente a elementos externos (luz, temperatura, oxigênio, umidade, por exemplo) o que pode aumentar sua capacidade quando aplicado a alimentos.



**Figura 1.** Morfologia das nanofibras de amido com 0% (a) e 40% de OEC (b), ângulo de contato das fibras de amido com 0% (c) e 40% de OEC (d) e atividade antioxidante (e) do OEC livre e as fibras amido com 0% e 40% de OEC. \*OEC: Óleo essencial de capim-limão.

#### 4. CONCLUSÕES

Nanofibras a base de amido de mandioca e OEC encapsulado foram produzidas por eletrospinação, com diâmetro médio variando de 212 nm a 359 nm. As nanofibras apresentaram-se homogêneas e contínuas, e visualmente não foram afetadas pela adição de OEC. Os valores de ângulo de contato demonstraram seu carácter hidrofílico. A atividade antioxidante de OEC foi representativa e apesar de ter sido levemente reduzida quando aplicado nas fibras, sua aplicação permite a proteção de seus compostos frente aos fatores que geram sua instabilidade.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

COELHO, S. C., ESTEVINHO, B. N., ROCHA, F. Encapsulation in food industry with emerging electrohydrodynamic techniques: Electrospinning and electrospraying—A review. **Food Chemistry**, v. 339, p. 127850, 2021.

CRUZ, E. P., JANSEN, E. T., FONSECA, L. M., HACKBART, H. C. S., SIEBENEICHLER, T. J., PIRES, J. B., GANDRA, E. A., ROMBALDI, C. V., ZAVAREZE, E. R., DIAS, A. R. G. Red onion skin extract rich in flavonoids encapsulated in ultrafine fibers of sweet potato starch by electrospinning. **Food Chemistry**, v. 406, p. 134954, 2023.

FONSECA, L. M., SOUZA, E. J. D., RADÜNZ, M., GANDRA, E. A., DA ROSA ZAVAREZE, E.R., DIAS, A. R. G. Suitability of starch/carvacrol nanofibers as biopreservatives for minimizing the fungal spoilage of bread. **Carbohydrate polymers**, v. 252, p. 117166, 2021.

KAUR, R., KAUR, L. Encapsulated natural antimicrobials: A promising way to reduce microbial growth in different food systems. **Food Control**, v. 123, p. 107678, 2021.

KIELING, D. D., PRUDENCIO, S. H. Blends of lemongrass derivatives and lime for the preparation of mixed beverages: Antioxidant, physicochemical, and sensory properties. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, n. 3, p. 1302-1310, 2019.

MENDES, J.F., MENDES, J. F., NORCINO, L. B., MARTINS, H. H. A., MANRICH, A., OTONI, C. G., CARVALHO, E. E. N., PICCOLI, R. H., OLIVEIRA, J. E., PINHEIRO, A. C. M., MATTOSO, L. H. C. Correlating emulsion characteristics with the properties of active starch films loaded with lemongrass essential oil. **Food Hydrocolloids**, v. 100, p.105428, 2020.

ROSTAMABADI, H., ASSADPOUR, E., TABARESTANI, H. S., FALSAFI, S. R., JAFARI, S. M. Electrospinning approach for nanoencapsulation of bioactive compounds; recent advances and innovations. **Trends in Food Science & Technology**, v. 100, p. 190-209, 2020.

VINHOLES, J., GROSSO, C., ANDRADE, P. B., GIL-IZQUIERDO, A., VALENTÃO, P., DE PINHO, P. G., FERRERES, F. In vitro studies to assess the antidiabetic, anti-cholinesterase and antioxidant potential of *Spergularia rubra*. **Food Chemistry**, v. 129, n. 2, p. 454-462, 2011.