

Eficiência de encapsulação dos extratos secos microencapsulados obtidos de sementes frescas de *Azadirachta indica*

Michael Douglas da Silva Xavier^{1*}(IC), Deborah Gonçalves Bezerra¹(PG), Iuli Ribeiro de Andrade¹(IC), Pedro Ícaro Fernandes Machado¹(IC), Hugo Leonardo Vilela Santos¹(IC), Joelma Abadia Marciano de Paula¹(PQ). E-mail: maicomdsx@gmail.com

¹Universidade Estadual de Goiás- Câmpus Anápolis de Ciências Exatas e Tecnológicas Henrique Santillo. BR-153 3105 Fazenda Barreiro do Meio, Anápolis - GO, 75132-903.

Resumo: Bioinseticidas à base de extratos das sementes de *Azadirachta indica* A. Juss. podem ser úteis no Manejo Integrado de Pragas em lavouras e reduzir impactos ambientais. O presente trabalho teve como objetivo avaliar a eficiência de encapsulação de extratos microencapsulados obtidos de sementes frescas de *A. indica*. As microcápsulas são capazes de proteger a azadiractina, substância ativa, da fotodegradação pelos raios UV, tornando viável seu uso em campo. As microcápsulas foram produzidas por secagem em aspersão, utilizando como componentes de parede, goma arábica e maltodextrina. A Eficiência de Encapsulação (EE) foi estimada em percentagem, pela razão entre a concentração total de azadiractina extraída das microcápsulas e a concentração de azadiractina na superfície das microcápsula. A quantificação do marcador foi feita por Cromatografia a Líquido de Alta Eficiência (CLAE). A EE média para as amostras testadas foi de 56,88%. Estes resultados, comparados a outros estudos, mostram-se promissores e fornecem subsídios para estudos de produção das microcápsulas em escala industrial.

Palavras-chave: Azadiractina. Microcápsulas. *Spray drying*. Ultrassom. Maltodextrina. Goma arábica.

Introdução

Azadirachta indica A. Juss. ou como é comumente conhecida, nim, é uma planta nativa da Índia e Mianmar (antiga Britânia), da família Meliaceae, que tem sido estudada na atualidade em várias regiões do mundo (NEVES; CARPANEZZI, 2008).

Dentre os diversos estudos feitos sobre o nim, foram encontradas mais de 150 substâncias em seus galhos, folhas e frutos. A azaractina é uma delas, encontrada mais abundantemente nas sementes dos frutos. Diversos estudos demonstraram que esta substância possui ação inseticida, por ser capaz de desencadear diversos efeitos nos insetos, tais como interferência nos hormônios

reguladores do crescimento, na metamorfose, na reprodução e também efeitos repelentes e antialimentar (VIANA; PRATES; RIBEIRO, 2006).

Apesar de a azadiractina ser um dos componentes inseticidas do extrato de nim, ela é instável para seu uso, devido sua fotodegradação. Uma possível contra medida para essa característica é o desenvolvimento de um extrato microencapsulado que a proteja dos raios UV. Essas microcápsulas podem ser obtidas a partir da mistura de goma arábica e maltodextrina ao extrato líquido, seguido de secagem por nebulização (*spray drying*) (ALVES et al., 2014; BEZERRA, 2017).

O objetivo deste trabalho foi avaliar a eficiência de encapsulação dos extratos microencapsulados, obtidos em diferentes condições de secagem por *spray drying*, a partir das sementes de *Azadirachta indica*.

Material e Métodos

Material Botânico: A coleta dos frutos frescos de *A. indica* foi realizada na Embrapa Arroz e Feijão, na cidade de Goiânia, estado de Goiás (S16° 30' 26,0994"; O 49° 16' 58,8720"; Altitude: 821 m) entre o período de dezembro de 2017/janeiro de 2018. O material foi congelado em freezer a -20°C logo após a coleta. Foram coletados ramos floridos para a confecção de exsiccatas, que foram depositadas no Herbário da Universidade Federal de Goiás, número UFG-48590.

Obtenção do Extrato Líquido e Caracterização Físico-Química: Os frutos de *A. indica* foram descongelados, e foi feita a separação das sementes por meio de despoldador. Em seguida, as sementes foram processadas para maceração dinâmica e exaustiva. O líquido extrator utilizado foi o álcool a 70% (m/m). O conteúdo dos recipientes foi mantido sob agitação mecânica por 24 h e filtrado em bomba a vácuo. O produto da maceração foi submetido à rotaevaporação, a 40°C e rotação de 70 RPM. O extrato concentrado foi armazenado a -20°C. A caracterização físico-química foi realizada conforme parâmetros da Farmacopeia Brasileira 5ª edição (BRASIL, 2010). A quantificação da azadiractina no extrato líquido foi realizada por Cromatografia a Líquido de Alta Eficiência (CLAE-DAD) conforme

metodologia validada por Paula et al. (2016).

Obtenção das amostras de extrato seco microencapsulado: Foram preparadas 15 amostras pilotos, utilizando extrato líquido concentrado, goma arábica e maltodextrina conforme Bezerra (2017), em ultra-turrax por 15 min (12.000 RPM). As secagens foram realizadas no Laboratório de Secagem e Armazenamento de Produtos Vegetais da Universidade Estadual de Goiás, em equipamento do tipo “mini” Spray Dryer, com fluxo co-corrente. Para as secagens variaram-se os parâmetros diâmetro do bico de aspersão (mm), temperatura de entrada (°C) e vazão do extrato (mL/min.) em três níveis, com o intuito de obter as melhores condições de secagem. Foram realizados no mínimo 15 experimentos em modelo Box Behnken (3³) e a metodologia de superfície de resposta foi utilizada para estimar as melhores condições de secagem em função da eficiência de encapsulação. Foram conduzidos ensaios de secagem do extrato, em triplicata, obedecendo às condições otimizadas e avaliou-se a eficiência de encapsulação das três amostras finais.

Eficiência de Encapsulação (EE): A EE de cada uma das 15 amostras foi estimada após a extração da azadiractina em metanol, utilizando um sonicador (banho de ultrassom) a 45 e 60 °C. Resumidamente, 1g de cada amostra dos extratos microencapsulados foi misturado à quantidade suficiente de metanol grau HPLC para completar 10 mL, em balão volumétrico. Para estimar a azadiractina de superfície, foi realizada somente a diluição, sem levar para o ultrassom. Já para determinação da concentração de azadiractina dentro das microcápsulas, os balões foram deixados em sonicação por períodos que variaram de 80 a 480 min. O conteúdo dos balões foi filtrado em papel de filtro e o teor de azadiractina dos filtrados foi quantificado por CLAE. Anteriormente foi confeccionada uma curva de calibração do padrão de azadiractina (1000, 500, 125, 62,5, 31,25, 15,62 µg/mL) para que a equação ($y=666,17x - 9231,3$; $R^2=0,9988$), gerada por regressão linear, fosse utilizada no cálculo das concentrações de azadiractina nas amostras. A eficiência de encapsulação foi calculada pela seguinte fórmula:

$$EE\% = \frac{CT(Aza) - CS(Aza)}{CT(Aza)} \times 100$$

Em que, CT é a concentração total de azadiractina extraída das

microcápsulas e CS é a concentração de azadiractina na superfície das microcápsulas.

Resultados e Discussão

Foram obtidos 50 L de extrato líquido após a maceração exaustiva das sementes frescas de *A. indica*. Após concentração em rotaevaporador, foram obtidos 5L de extrato líquido concentrado (ELC), cujo teor de sólidos foi de 6,64% \pm 0,192.

Na caracterização físico-química do extrato líquido foram obtidos os seguintes resultados, todos realizados em triplicata: pH = 5,6 (\pm 0,026); Densidade = 1,07 g/cm³ (\pm 0,0016); Viscosidade = 0,00019 Pa/s (\pm 0,024495) a 22,7 °C e concentração de azadiractina = 5407,89 μ g/mL.

Com relação à eficiência de encapsulação foi quantificado a azadiractina na superfície das microcápsulas, após simples diluição da amostra, e após submissão à sonicação por um período de 300 minutos a 45 °C. Observou-se aumento da concentração de azadiractina em comparação com a da superfície. Ao aumentar o tempo de exposição no ultrassom percebeu-se que as concentrações liberadas de azadiractina ainda aumentavam, o que demonstrou que o conteúdo das microcápsulas ainda não havia sido liberado por completo, nestas circunstâncias foram feitos ajustes na temperatura e no tempo de sonicação.

Observou-se que as amostras extraídas a 60 °C apresentaram uma liberação total de azadiractina em tempos diferentes, isso se deve às diferentes condições de secagem pelas quais as amostras passaram. Houve uma variação entre 34,07 e 71,26% em relação à eficiência de encapsulação, sendo que a melhor amostra demonstrou uma eficiência de 71,2655%, em relação quantidade de azadiractina liberada (889,1023 μ g/mL). Após a obtenção das melhores condições de secagem, foram conduzidas três secagens nas referidas condições (dados não apresentados por motivo de sigilo). A eficiência de encapsulação média destas amostras foi de 56,88%, resultado considerado satisfatório, uma vez que corresponde a 93% da eficiência de encapsulação predita pelo modelo estatístico utilizado na otimização de secagem, que foi de 61,25%.

Considerações Finais

As amostras de extrato seco microencapsulado apresentaram eficiência de encapsulação entre 34,07 e 71,26%. E a eficiência de encapsulação média do extrato obtido em condições otimizadas foi de 56,88%. Este valor está condizente com o de outros produtos microencapsulados e fornece subsídios para estudos em *scale up* que possam viabilizar a produção de extratos microencapsulados de sementes de *A. indica* em escala industrial.

Agradecimentos

À UEG pela bolsa de Iniciação Científica, à doutoranda Debborah Gonçalves Bezerra pela confiança e apoio, à professora Joelma A. M. de Paula pela orientação e suporte para o desenvolvimento do projeto, além de incentivar o crescimento acadêmico, e também aos demais co-autores pela determinação e ajuda no desenvolvimento deste projeto.

Referências

ALVES, S.F.; BORGES, L.L.; SANTOS, T.O.; PAULA, J.R.; CONCEIÇÃO, E.C.; BARA, M.T.F. Microencapsulation of Essential Oil from Fruits of *Pterodon emarginatus* Using Gum Arabic and Maltodextrin as Wall Materials: Composition and Stability. **Drying Technology**, v. 1, p.97-98, 2014.

BEZERRA, D.G. **Desenvolvimento e caracterização de extratos microencapsulados de *Azadirachta indica* A. Juss (Neem) como alternativa sustentável para o controle de *Helicoverpa armigera* Hübner**. 2017. 163f. Dissertação (Mestrado em Recursos Naturais do Cerrado) – Câmpus de Ciências Exatas e tecnológicas, Universidade estadual de Goiás, Anápolis, 2017.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Farmacopeia Brasileira**. 5.ed. Vol. 1. Brasília: Anvisa, 2010.

NEVES, E.J.M.; CARPANEZZI, A.A. O Cultivo do Nim para Produção de Frutos no Brasil. **CIRCULAR TÉCNICA**. Colombo: Embrapa Florestas, 2008.

PAULA, J.A.M.; BRITO, L.F.; CAETANO, K.L.F.N.; RODRIGUES, M.C.M.; BORGES, L.L.; CONCEIÇÃO, E.C. Ultrasound-assisted extraction of azadirachtin from dried entire fruits of *Azadirachta indica* A. Juss. (Meliaceae) and its determination by a validated HPLC-PDA method. **Talanta**, v.149, p.80-83, 2016.

VIANA, P.A.; PRATES, H.T; RIBEIRO, P.E.A. Uso do Extrato Aquoso de Folhas de NIM para o Controle de *Spodoptera frugiperda* na Cultura do Milho. **CIRCULAR TÉCNICA**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2006.