

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA

PEDRO HENRIQUE CAMPELO FELIX

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CANELA POR
ATOMIZAÇÃO COM EMPREGO DE DIFERENTES MATERIAIS DE
PAREDE**

DEZEMBRO/2014

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA
PEDRO HENRIQUE CAMPELO FELIX

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE CANELA POR
ATOMIZAÇÃO COM EMPREGO DE DIFERENTES MATERIAIS DE
PAREDE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, da Escola de Engenharia como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Química.

Orientador: Profa. Dra. Viviane Santos Birchal.

DEZEMBRO/2014

EPÍGRAFE

*“Lâmpada para os meus pés é a tua
palavra, e luz para o meu caminho.”
(Salmos 119:105)*

“Nós somos aquilo que fazemos repetidamente. Excelência, então, não é um modo de agir, mas um hábito.” Aristóteles

DEDICATÓRIA

À minha mãe, Lígia, e ao meu irmão, Matheus.

Personificações de amor verdadeiro e sem medida.

AGRADECIMENTO

A escolha pela ciência é não é uma simples escolha, e sim uma vocação ou nascer com o dom. É ter vocação de pensar no coletivo em busca de uma sociedade melhor. É ter o dom de decifrar e se maravilhar pela criação de Deus. Por ter certeza da escolha e pelo apoio desta conquista, venho agradecer:

Primeiramente à Deus pela força, nas dificuldades; e pela calma e serenidade, nos momentos de ansiedade. Foram nestes momentos que senti Sua mão me zelando sendo meu Pastor e nunca ter me deixando faltar nada.

À pessoa mais importante da minha vida. Mãe, você abdicou de todos seus sonhos pelos sonhos dos seus filhos. Não mediu esforços e investimentos para que nós pudéssemos estar hoje nessa situação: comemorando a realização deste sonho. Seu amor incondicional foi força e seu sorriso foi motivo de toda esta conquista.

Ao meu irmão que além de tudo é meu melhor amigo. Muito obrigado pelo carinho e apoio. O próximo mestre será você!

À toda minha família pelo apoio incondicional. À toda “Campelagem”: Essa vitória é nossa! Um muito obrigado em especial à minha Vó Maria e minha madrinha Cláudia por sempre ter intercedido pela minha vida em suas orações.

À Profa. Dra. Viviane Santos Birchall pela orientação deste trabalho e pela amizade. Muito obrigado pelas conversas, dicas e por ter despertado a vontade em dar continuidade na minha formação.

À Profa. Dra. Soraia por ter aberto as portas do Departamento de Ciências de Alimentos da UFLA, oferecendo todo suporte para realização deste trabalho. Serei eternamente grato pelo

seu ato, pois este fez com que meu sonho fosse realizado. Também agradeço a Profa. Dra. Joyce Costa (UFJVM) por ter proporcionado este encontro, ao Prof. Dr. Diego Botrel e ao Msc. Gérson Marques pelo auxílio nos experimentos.

Às Profas. Dras. Andréa Charbel e Érika Cren por terem aceitado o convite para participar da minha banca de mestrado e por todas contribuições valiosas para o engrandecimento deste trabalho.

Aos meus amigos Igor, Dândara, Flávia e Breno pelo companheirismo e apoio irrestrito na realização deste sonho. O Forró, o UNI-BH e o CEFET-MG me proporcionaram encontrar e conviver com pessoas maravilhosas. A amizade de vocês transformava meus dias de estresse em dias de alegria. Muito Obrigado!

Aos meus alunos pela paciência nos momentos que precisei me ausentar, pelo carinho e pela torcida.

À todos professores, técnicos e alunos do DEQ-UFMG pelo carinho e presteza de sempre. Meu muito obrigado a Priscilla, Luísa e Estêvão pelos auxílios nos experimentos.

À Profa. Maria Irene Yoshida (DQ-ICEX), Dra. Vanny (DQ-ICEX) e a técnica Isabel (DEMIN) pelo auxílio nos experimentos de análises térmicas, cromatografia e tamanho de partículas.

Ao Centro de Microscopia da UFMG pelas análises microscópicas.

Ao CNPq, FAPEMIG e PRPG-UFMG pelo auxílio financeiro.

RESUMO

O processo de microencapsulação é muito utilizado para produtos com grande concentração de compostos voláteis devido sua capacidade de proteger estes de condições do ambiente desfavoráveis a manutenção da sua qualidade. O óleo essencial de canela apresenta propriedades antimicrobianas muito importantes e tem um grande potencial na conservação de alimentos. Este trabalho tem como objetivo é avaliar a eficiência da microencapsulação do óleo essencial de canela em relação ao material de parede utilizado. Foram testados 3 tipos de combinações de diferentes materiais de parede (Goma Arábica – G, Isolado Proteico de Soro de Leite – I e Maltodextrina – M) nas combinações 100% G, 100% I, 50/50% G/M e 50/50% I/M, com temperatura constante de 180°C e fluxo de material de 0,9 l.h⁻¹. Foram avaliados umidade, solubilidade, densidade (aparente e aparente compactada), higroscopicidade, retenção de óleo, eficiência de encapsulação tamanho e morfologia das partículas (MEV e MET), degradação das partículas a processos térmicos e composição e integridade final do óleo essencial de canela. O teste que apresentou melhor eficiência de encapsulação foi o teste G/M (84,5%), podendo ser considerado o melhor teste, apesar da alta higroscopicidade apresentada para os testes contendo goma arábica (31,10 e 42,21%). O teste I apresentou menores tamanhos de partículas, consequentemente, melhor estabilidade térmica. As análises microscópicas demonstraram que a adição da maltodextrina ao teste com isolado proteico favoreceu a formação de partículas mais esféricas e para os testes observa-se o óleo disperso no material de parede (morfologia matriz insolúvel). Nas análises cromatográficas observou-se o cinamaldeído como composto mais presente no óleo essencial de canela (73%) .

Palavras – chave: Microencapsulação, Óleo Essencial, Canela, Spray Dryer.

ABSTRACT

The microencapsulation process is widely used for products with a high concentration of volatile compounds due to its ability to protect these the unfavorable ambient conditions to maintain its quality. The essential oil of cinnamon has very important antimicrobial properties and has great potential in food preservation. This study aims to evaluate the microencapsulation efficiency of cinnamon essential oil in relation to the wall material used. We tested three types of combinations of different wall materials (Gum Arabic - G, Protein Isolated Whey - I and Maltodextrin - M) in combinations 100% G, 100% I, 50/50% F / M and 50 / 50% R / M, a constant temperature of 180 ° C and the material flow of 0.9 lh-1. Were evaluated moisture, solubility, density (compacted apparent and apparent), hygroscopicity, oil retention, and encapsulation efficiency Size particle morphology (SEM and TEM), thermal degradation of the particulate composition and final processes and integrity of the essential oil of cinnamon. The test showed the best encapsulation efficiency was the G / M test (84.5%) and may be considered the best test, despite the high hygroscopicity presented for tests containing gum arabic (31.10 and 42.21%). The test I made smaller particle sizes, therefore, better thermal stability. Microscopic analysis showed that the addition of maltodextrin to the test protein isolate favored the formation of more spherical particles and observed for testing the dispersed oil in the wall material (insoluble matrix morphology). In chromatographic analysis showed that the compound present as more cinnamaldehyde in cinnamon essential oil (73%).

Keys: Microencapsulation, Essential Oil, Cinnamon, Spray Dryer.

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Quadro resumo com as características de alguns atomizadores	25
Tabela 2.2 - Vantagens e desvantagens da microencapsulação utilizando processo de atomização.	28
Tabela 2.3 - Tipos de Materiais de Parede.	30
Tabela 2.4 - Índice Carr e classificação da compressibilidade de pós.....	35
Tabela 2.5 - Razão Hausner e Classificações para fluidez de materiais granulares.....	35
Tabela 2.6 – Morfologia das partículas e a qualidade de proteção contra fatores externos.	39
Tabela 2.7 - Fatores que afetam a eficiência de encapsulação em processos de microencapsulação.	39
Tabela 2.8 - Valores ótimos para parâmetros físico-químicos de alimentos em pó.	41
Tabela 3.1 - Especificações do fabricante - óleo essencial de canela.....	42
Tabela 3.2 - Codificação dos testes e respectivas composições de materiais de parede.....	43
Tabela 4.1 - Coeficientes estimados para a Lei de Potência.....	51
Tabela 4.2 - Média dos Valores de Umidade - Testes 1 a 4.....	52
Tabela 4.3 - ANOVA para os valores de umidade.....	53
Tabela 4.4 - Média dos Valores de Solubilidade - Testes 1 a 4.....	53
Tabela 4.5 - ANOVA para os valores de umidade.....	54
Tabela 4.6 - Média do Valores de Higroscopicidade - Testes 1 a 4.....	55
Tabela 4.7 - Teste ANOVA para Higroscopicidade	55
Tabela 4.8 - Média dos Valores de Densidade Aparente e Densidade Aparente Compactada - Testes 1 a 4.....	56
Tabela 4.9 - Teste ANOVA para Densidade Aparente	57
Tabela 4.10 - Teste ANOVA para Densidade Aparente Compactada.	57
Tabela 4.11 - Valores do Índice de Carr (CI) e Razão de Hausner (RH) para os testes 1 a 4.	58
Tabela 4.12 – Valores de molhabilidade para os testes 1 a 4.	59
Tabela 4.13 – Tabela ANOVA para Molhabilidade	59
Tabela 4.14 - Valores médios para Teor de Óleo Superficial (%): Testes 1 a 4.	60

Tabela 4.15 - Teste ANOVA para Teor Superficial de Óleo	61
Tabela 4.16 - Valores médios para Eficiência de Encapsulação (%): Testes 1 a 4.	62
Tabela 4.17 - Teste ANOVA para Eficiência de Encapsulação.	62
Tabela 4.18 - Tamanho médio das partículas: Testes 1 a 4.....	66
Tabela 4.19 - Valores de d10, d50, d90 e Span para a distribuição do tamanho de partículas	67
Tabela 4.20 - Constituição química do óleo essencial de canela.	68
Tabela 4.21 - Concentração de cinamaldeído nas amostras de óleo essencial de canela puro e microencapsulado para os 4 testes.....	69
Tabela 4.22 - Resumo e conclusões das propriedades físico-químicas avaliadas para microencapsulação de óleo essencial de canela.	71

LISTA DE FIGURAS

	Página
Figura 2.1 - Aspectos gerais da árvore e canela casca.....	20
Figura 2.2 - Estrutura molecular do cinamaldeído.	21
Figura 2.3 - Diagrama esquemático de um Spray Dryer: tanque de alimentação (1), filtro (2), bomba alimentadora (3), atomizador (4), aquecimento do ar (5), ventilador (6), entrada do ar (7), câmara de secagem (8), ciclone (9) e sistema de exaustão do ar (10).	24
Figura 2.4 - Etapas de formação do pó seco dentro da câmara de secagem em equipamentos spray dryer.....	27
Figura 2.5 - Principal unidade repetitiva da Goma Arábica.	31
Figura 2.6 - Estrutura química da maltodextrina.....	33
Figura 2.7 - Diagrama esquemático de uma partícula seca através de secagem por atomização e sua estrutura.....	37
Figura 2.8 - Morfologia das Partículas em processos de microencapsulação por atomização.	38
Figura 3.1 - Spray Dryer utilizado na microencapsulação.	44
Figura 4.1 - Relação entre Tensão de Cisalhamento e Taxa de Deformação: Testes 1 a 4.	50
Figura 4.2 - Relação Viscosidade e Taxa de Deformação: Testes 1 (G), 2(I), 3(G/M) e 4 (I/M).	51
Figura 4.3 - Histograma (A) e Gráfico de médias e erros(B) de umidades. Erro! Indicador não definido.	
Figura 4.4 - Histograma (A) e Gráfico de médias e erros(B) de higroscopicidade: testes 1 a 4.	Erro! Indicador não definido.
Figura 4.5 - Histograma (A) e Gráfico de médias e erros(B) de densidade aparente: testes 1 a 4.	Erro! Indicador não definido.
Figura 4.6 - Histograma (A) e Gráfico de médias e erros(B) de densidade aparente compactada: testes 1 a 4.....	Erro! Indicador não definido.
Figura 4.7 – Histograma (A) e Gráfico de Médias com Erro (B) para Molhabilidade: Testes 1 a 4.	Erro! Indicador não definido.
Figura 4.8 – Histograma (A) e Gráfico de Médias com Erro (B) para Teor Superficial de Óleo: Testes 1 a 4.....	Erro! Indicador não definido.

Figura 4.9 - Histograma (A) e Gráfico de Médias com Erros (B) para Eficiência de Encapsulação: teste 1 a 4.....	Erro! Indicador não definido.
Figura 4.10 - Morfologia para partículas: Testes 1 (A), 2(B), 3(C) e 4(D)	63
Figura 4.11 - Visualização Panorâmica das partículas: Testes 1 (A), 2 (B), 3 (C) e 4 (D).	64
Figura 4.12 - Visualização Microscópica através do MET: Testes 1 a 4.....	65
Figura 4.13 - Distribuição do tamanho de partículas: teste 1 a 4.....	66
Figura 4.14 - Perfil cromatográfico do óleo essencial de canela bruto.	69
Figura 4.15 - Curva de calibração para óleo essencial de canela.	48
Figura 4.16 – Gráficos de DTA e TGA em relação a temperatura: Testes 1 (A), 2(B), 3 (C) e 4 (D)	90
Figura 4.17 - Relação entre DSC e Temperatura: Testes 1 a 4.	91
Figura 7.1 - Perfil Cromatográfico Completo - Teste 1	88
Figura 7.2 - Perfil Cromatográfico Completo - Teste 2	88
Figura 7.3 - Perfil Cromatográfico Completo - Teste 3	89
Figura 7.4 - Perfil Cromatográfico Completo - Teste 4	89

ÍNDICE

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	Objetivos	18
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1	ÓLES ESSENCIAIS	19
2.1.1	Canela – Aspectos Gerais	19
2.1.2	Óleo Essencial de Canela	20
2.2	SECAGEM.....	21
2.3	SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO	22
2.3.1	Processos de Atomização	24
2.3.1.1	Tipos de atomizadores	25
2.4	MICROENCAPSULAÇÃO.....	27
2.4.1	Material de Parede	29
2.4.1.1	Goma Arábica	30
2.4.1.2	Isolado Proteico	32
2.4.1.3	Maltodextrina	33
2.4.2	Caracterizações das micropartículas	34
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	42
3.1	Materiais	42
3.2	Métodos.....	42
3.2.1	Preparo da emulsão	42
3.2.2	Caracterizações da emulsão – Reologia	43
3.2.4	Características Físico-químicas das Microcápsulas.....	45
3.2.4.1	Umidade	45
3.2.4.2	Solubilidade em água.....	45
3.2.4.3	Higroscopicidade	45
3.2.4.4	Densidade.....	45
3.2.4.5	Compressibilidade e Escoamento	46
3.2.4.6	Molhabilidade.....	46

3.2.4.7 Teor de Óleo Superficial e Eficiência de Encapsulação	46
3.2.4.8 Análise Microestrutural.....	47
3.2.4.9 Tamanho de Partículas	47
3.2.4.10 Cromatografia	47
3.2.3.11 Análises Térmicas.....	48
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	50
4.1 CARACTERÍSTICAS da emulsão - REOLOGIA	50
4.2 CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS	52
4.2.1 Umidade.....	52
4.2.2 Solubilidade em água	53
4.2.3 Higroscopicidade	55
4.2.4 Densidade aparente e densidade aparente compactada.....	56
4.2.4.2 Índice Carr e Razão de Hausner	58
4.2.5 Molhabilidade	59
4.2.6 Óleo Superficial e Eficiência de Encapsulação	60
4.2.7 Análises Microscópica	63
4.2.8 Tamanho de partículas.....	66
4.2.9 Análises Cromatográficas.....	68
4.2.10 Análises Térmicas	70
5 CONCLUSÕES	72
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	73
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	74
8 ANEXOS	88
8.1 perfís cromatográficos	88
8.2 análises térmicas	89

1 INTRODUÇÃO

Óleos essenciais são lipídios geralmente extraídos de flores, folhas e cascas que se caracterizam como substâncias com uma quantidade de compostos voláteis, principalmente álcoois e aldeídos. Estes óleos apresentam características organolépticas marcantes, como odor e sabor, e devido a estas características, os óleos essenciais vem ganhando espaço nas pesquisas e utilizações nas indústrias, principalmente na indústria de alimentos, farmacêutica e de cosméticos. Como nos últimos anos a população mundial vem buscando novas alternativas de alimentação, principalmente consumindo produtos que são com mínimo de conservantes sintéticos, os óleos essenciais vêm ganhando espaço na indústria já que esse nicho de mercado está em expansão e as pessoas que fazem parte deste mercado consumidor, costumam ser pessoas com alto padrão financeiro (BIZZO *et al.*, 2009).

As propriedades antimicrobianas dos óleos essenciais os credenciam como uma forma diferenciada e atrativa de conservantes naturais. A concentração e a forma como esses óleos são aplicados, são considerados fatores importantes, pois muitas vezes o uso indevido pode causar mudanças organolépticas e inviabilizar o consumo do produto (SOLÓRZANO-SANTOS E MIRANDA NOVALES, 2011).

Uma das grandes dificuldades da indústria em substituir produtos sintéticos por naturais é a fragilidade aos processos de fabricação e ao armazenamento e transportes inadequados. Com isso, o investimento em pesquisa nesta área vem crescendo em todo mundo, focando na redução da perda através de armazenamento, transporte e condições ambientais impróprias como níveis indesejáveis de oxigênio, pH e luz (SANTANA, 2013).

A canela é uma das especiarias mais antigas e conhecidas do mundo, aparecendo em relatos do tempo bíblico e grandes navegações. Da família *Lauraceae* e gênero *Cinnamomum*, a canela é comercializada na forma de pó ou de lascas do tronco da caneleira, sendo muito utilizada em alimentos e produtos farmacêuticos e cosméticos, por suas características organolépticas singulares (KOKETSU *et al.*, 1997). Além disso, seus compostos apresentam atividades microbianas, fungicidas e inseticidas, sendo muito utilizado como conservante e aditivos em embalagens de alimentos (SINGH *et al.*, 2007; MARTINS, 2010; LAWLESS, 2013).

A secagem pode ser definida como uma operação unitária que consiste na retirada de solvente de um produto, através de técnicas que envolvam temperatura, potencial osmótico e/ou variação de pressão. O processo de secagem é uma das alternativas mais eficazes na preservação de produtos pois umidade em excesso pode favorecer a deterioração por

microrganismo e reações indesejadas, sendo atrativo para indústria (CHEN, 2008; CELESTINO, 2010).

A secagem por atomização (spray dryer) é um dos processos mais utilizados em secagem, principalmente na área de alimentos, e consiste na transformação de alimentos fluidos em um produto seco e em pó, através da desidratação de forma contínua e por meio convectivo (MASTERS, 1972). Depois de sua utilização desde o século XIX pela indústria de laticínios, a secagem por atomização hoje se estende às indústrias como a agroquímica, biotecnológica, de produtos químicos pesados, mineração e farmacêuticos (PASSOS & BIRCHAL, 2010)

Pela necessidade de se conservar compostos voláteis por mais tempo, observam-se esforços para o desenvolvimento de novas tecnologias que garantam a qualidade sensorial dos produtos durante todo o tempo de estocagem. Fatores como mudança de temperatura, pH e níveis de oxigênio durante o armazenamento, modificam a estrutura básica desses compostos voláteis, degradando-os e muitas vezes os inviabilizando para o consumo. Buscando alternativas eficientes para suprir todas estas necessidades, a microencapsulação vem ganhando espaço no cenário científico mundial, pois proporciona a estabilidade do material encapsulado, já que os compostos voláteis são facilmente degradáveis. O processo de microencapsulação consiste em armazenar compostos dentro de capsulas protetoras, que as isolam de ações do ambiente externo, evitando assim reações indesejáveis e degradação do produto. (AZEREDO, 2005; MÜLLER, 2011; VASISHT, 2014).

Quando os compostos dos alimentos são muito reativos entre si, são frágeis à alta temperatura ou quando se tem a necessidade de controlar o início da liberação do produto do núcleo, como a taxa de liberação, a técnica de microencapsulação se mostra viável e interessante (MOZAFARI et al., 2008). O método de atomização por *Spray Drying* é o mais empregado em processos de microencapsulação por ser de fácil adaptação e operação (RÉ, 2000; PEREIRA, 2007).

Uma das considerações mais importantes ao se estudar a microencapsulação é material envoltório da micropartícula (material de parede), aliado as condições de operação como temperatura e vazão de alimentação. Para um bom processo de encapsulação, a escolha deste material envoltório é uma das etapas mais importantes pois as suas propriedades físicas e químicas devem garantir uma estabilidade maior ao produto final, dificultando a degradação do material do núcleo pelos fatores ambientais e não ser reativo e o núcleo (RÉ, 2000; REBELLO, 2009; MATTÉ & ROSA, 2013; COSTA, 2013).

Estudos das propriedades físico-química (umidade, solubilidade, higroscopicidade, atividade de água, tamanho e morfologia das partículas), quantidade e qualidade do produto

encapsulado, eficiência de encapsulação e comportamento destas partículas ao armazenamento e ao transporte são as bases dos estudos sobre microencapsulação.

Este trabalho consiste na investigação de uma nova alternativa na conservação dos compostos voláteis do óleo essencial de canela, através da secagem por atomização, avaliando-se o emprego dos diferentes e mais utilizados materiais encapsulantes em relação as suas propriedades físico-químicas. Ressalta-se que não há reportado na literatura um estudo da microencapsulação do óleo essencial de canela, o que credencia a importância deste trabalho.

1.1 OBJETIVOS

O objetivo geral deste trabalho é avaliar a eficiência da microencapsulação do óleo essencial de canela em relação ao material de parede.

Para atingir o objetivo geral deste trabalho, os objetivos específicos são:

- Avaliar as características das emulsões em relação a viscosidade;
- Avaliar parâmetros físico-químicos como umidade, solubilidade, densidade, higroscopicidade, tamanho e morfologia das microcápsulas;
- Avaliar a capacidade de retenção de óleo de canela nas microcápsulas;
- Avaliar a morfologia das partículas, através de visualização microscópica;
- Avaliar o comportamento da degradação das partículas submetidas a processos térmicos; e
- Avaliar a composição e integridade final do óleo essencial de canela;

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 ÓLES ESSENCIAIS

Óleos essenciais podem ser definidos como extratos de plantas constituídos por fenilpropanoides e terpenóides, compostos responsáveis pelas características organolépticas dos óleos. Podem ser extraídos através de técnicas de arraste a vapor, na maior parte das vezes, como também por prensagem, no caso dos frutos cítricos. Os óleos essenciais são alvo frequente de pesquisadores, principalmente por serem uma fonte promissora de compostos ativos, como safrol, eugenol, citral, citronelal, e outros; e na síntese de outros compostos de maior valor agregado (BIZZO *et al.*, 2009; OOTANI, *et al.*, 2013).

Os óleos essenciais se diferem dos óleos fixos e minerais por serem misturas de terpenos e compostos oxigenados e compostos orgânicos. Já os fixos e os minerais se caracterizam por apresentar ésteres de glicerinas com ácidos graxos de cadeias longas e parafinas líquidas misturadas a hidrocarbonetos de peso molecular elevado (REIS, 2012). São inflamáveis e solúveis em álcool e éter e insolúveis em água. Os óleos essenciais não podem ser comparados com outros tipos de óleos, principalmente os comestíveis, já que não são ésteres de glicerol (ARAÚJO, 2011).

Os óleos essenciais apresentam uma grande aplicação na indústria de alimentos, farmacêutica e de cosméticos, sendo empregados como fragrâncias, aromas, fixadores de fragrâncias e composições farmacêuticas. Os principais óleos comercializados são oriundos de flores, folhas, cascas, rizomas e frutos como eucalipto, canela, gengibre, laranja e rosas diversas. As maiores aplicações de óleos essenciais são para controle de atividades microbianas, no qual estão concentradas o maior número de publicações científicas. Uma área de estudos que vem crescendo nos últimos anos é a utilização de óleos essenciais em embalagens de alimentos (MACHADO & FERNANDES JUNIOR, 2011; REIS, 2012; OOTANI, *et al.*, 2013).

Montes *et al.* (2013) trouxeram um panorama da pesquisa nesta área do ano 2000 até 2012, no qual diagnosticaram que a indústria vem se interessando cada dia mais pela utilização dos óleos essenciais, principalmente pelas características organolépticas destes óleos, o que vem tornando os produtos um diferencial no mercado.

2.1.1 Canela – Aspectos Gerais

Da família *Lauraceae*, a canela (Figura 2.1) é uma planta, nativa da região do Sri Lanka, sul da Ásia, sendo uma das principais especiarias importadas pelo sudeste asiático. Existem mais

de 250 tipos diferentes de canela (*Cinnamomum*) sendo as mais comuns a *Cinnamomum cassia*, e *Cinnamomum zeylanicum* (SIGH et al., 2007; BIZZO et al., 2009; MARTINS, 2010)



Figura 2.1 - Aspectos gerais da árvore e canela casca

Fonte: Google Imagens, 2014.

A canela é uma árvore perene, que pode alcançar tamanhos entre 8 – 17 m. Apresenta folhas de coloração verde-escuro, flores pequenas e amareladas (FREIRE, 2008). Devido à pouca produção, anualmente o Brasil importa quantidades significativas de canela e seus subprodutos, como óleo essencial. A escassez se deve à fragilidade da cultura ao clima e tipo de solo que pode acarretar em um produto de inferior qualidade (KOKETSU, 1997).

Praticamente toda a cultura é utilizada. Das folhas são extraídos óleos essenciais. Do tronco e ramos, a parte mais valorizada economicamente, se faz canela em pó ou em lascas (REIS, 2012).

A literatura é rica em estudos sobre as propriedades antimicrobianas do óleo essencial de canela. Estudos de Simic et al. (2004) relatam o poder antimicrobiano do óleo essencial de diferentes espécies de canela. Andrade et al. (2012) concluíram que óleo essencial de canela apresentou resultados significativos quanto a atividade microbiana de bactérias gram negativas e gram positivas, como também bons resultados para ação anti-oxidante.

2.1.2 Óleo Essencial de Canela

O óleo essencial de canela é constituído, em sua maioria, por cinamaldeído, cuja estrutura molecular está representada na Figura 2.2 com teores aproximados de 30% em relação aos compostos totais. Outros componentes como 3-metoxi-1,2-propanodiol, o-mertoxi-cinamaldeído, cumarina, glicerina, benzenoetanol, dentre outros, podem ser encontrados em sua composição (WANG et al., 2009). Por seu caráter anfifílico, a estrutura molecular do cinamaldeído se relaciona com atividades antimicrobianas, fungicidas e inseticidas, sendo

muito utilizado como conservantes e aditivos em embalagens de alimentos (SIGH et al., 2007; MARTINS, 2010; LAWLESS, 2013).

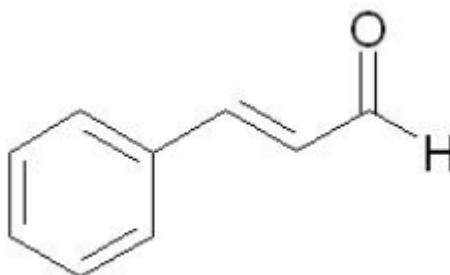


Figura 2.2 - Estrutura molecular do cinamaldeído.

Fonte: MARTINS, 2010.

Perdones *et al.* (2014) ao estudarem o efeito do óleo essencial de canela extraído das folhas comprovaram sua eficácia como antimicrobiano. Ao adicionar o óleo em filmes de quitosana para embalagem de morangos, comprovaram que quanto maior a concentração, maior o poder conservante.

2.2 SECAGEM

Secagem é uma operação unitária que consiste na retirada de água de um alimento. O princípio de secagem é baseado na redução da quantidade de água disponível em um produto através da sua exposição ao calor, acarretando a evaporação da água. Esse processo tem como finalidade principal a conservação do produto, aumentando o seu tempo de vida útil, dificultando a ação de enzimas e microrganismos degradadores. Além disso, a secagem facilita o transporte e manuseio dos alimentos, já que há a redução do seu peso.

O funcionamento básico de um secador envolve uma simultânea transferência de calor e massa. A transferência de calor se dá por meio convectivo, na superfície do produto; e por condução, no seu interior. A transferência de massa ocorre por difusão do líquido e vapor d'água pelos poros do material e a convecção da superfície para o meio externo (CRAPISTE & ROSTEIN, 1997).

Os métodos de secagem podem ser divididos em 2 tipos: a secagem natural e desidratação. A secagem natural utiliza a energia solar como fonte de energia térmica para evaporação da água do produto. É utilizada em regiões onde a irradiação solar e as condições pluviométricas favorecem este processo. Os principais produtos em que empregam esta técnica são grãos em geral e frutas. Este processo apresenta vantagens como a economia energética e a possibilidade de secagem de grandes quantidades de produto ao mesmo tempo, com

instalações simples e de baixo custo, mas tem como desvantagem o pouco controle de qualidade do produto final, devido às inconstâncias das condições de secagem e a contaminação por microrganismos. A desidratação se diferencia da secagem natural pelas condições controladas durante o processo de secagem. Neste processo, temperatura e umidade do ar de circulação e umidade do produto podem ser controladas, garantido eficiência e qualidade.

Os processos de secagem podem acarretar diversas mudanças químicas e físicas nos alimentos como degradação de pigmentos e substâncias voláteis, mudança de texturas, escurecimentos enzimáticos e não enzimáticos (Reação de *Maillard* e caramelização) e oxidação de lipídios (FELLOWS, 2006; CELESTINO, 2010)

Fellows (2006) divide os equipamentos de desidratação em alguns tipos:

- a) Secadores adiabáticos, que utilizam o ar como agente secante, como por exemplo, secadores de cabine, secadores de túnel, atomizadores, leitos fluidizados e fornos secadores;
- b) Secadores de transferência de calor através de superfícies sólidas, tais como secadores de tambor e desidratadores a vácuo;
- c) Liofilização, que utiliza baixas pressões (vácuo) e temperaturas para secagem;
- d) Microondas, que utilizam radiação eletromagnética para evaporação da água.

2.3 SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

O processo de secagem por atomização (*Spray Drying*) consiste em bombear o produto fluido em dispositivos que farão a sua aspersão, ou seja, o transformarão em pequenas gotículas e serão liberados em câmaras para contato com o meio secante, frequentemente ar quente (ROSA *et al.*, 2006).

A secagem por atomização trabalha com o princípio do aumento da superfície de contato do produto, favorecendo o processo de eliminação de água. Com a redução do tamanho das partículas, uma maior área superficial do produto ao ar de secagem é gerada, favorecendo troca de calor entre os fluidos (ar x produto), evaporando a água em um tempo curto. Com a redução do tempo de exposição do material ao calor, há melhor conservação das características naturais e há uma redução dos custos de energia (BHANDARI *et al.*, 2008).

Este tipo de secagem é, especialmente, utilizado para produtos que são sensíveis a altas temperaturas como produtos farmacêuticos, alimentos, plasma sanguíneo, produtos

orgânicos e inorgânicos, indústria de borracha e cerâmicas, detergentes e outros (BHANDARI *et al.*, 2008).

Filková *et al.* (2006) citam as vantagens do uso da atomização nos processos de secagem. As vantagens são a facilidade em controlar as propriedades e qualidades do produto final; baixas temperaturas para produtos sensíveis ao calor; e capacidade de produção contínua e em larga escala com produtos uniformes.

Secadores *Spray Dryers* são equipamentos de secagem que utilizam o processo de atomização de líquidos em contato com ar quente em uma câmara de secagem. A utilização deste processo data de 1870 com avanços na tecnologia, a época das Guerras Mundiais pela necessidade de alimentos não perecíveis para alimentar as tropas (PATEL *et al.*, 2009). O processo de secagem em *spray dryer* é composto por 4 (quatro) sistemas (CHEN & MUJUMDAR, 2008):

- 1) Sistema de aquecimento do gás de secagem e do fluido;
- 2) Sistema de atomização;
- 3) Sistema de secagem;
- 4) Sistema de reaproveitamento de finos;

A literatura reporta vários estudos que utilizam o *spray dryer* para diversas aplicações tais como: processamentos de alimentos diversos (LANNES & MEDEIROS, 2003; ENDO *et al.*, 2007; OLIVEIRA *et al.*, 2006); microencapsulação de substâncias (ASCHERI *et al.*, 2003; SANTOS *et al.*, 2005); produtos farmacêuticos (OLIVEIRA & PETROVICK, 2010; VALDUGA *et al.*, 2003) e cerâmicas (RIBEIRO *et al.*, 2001).

A figura 2.3 representa um sistema de secagem por atomização.

Alguns parâmetros do processo devem ser muito bem controlados quais sejam: a) controle rigoroso das temperaturas de entrada, evitando danos as propriedades químicas e físicas do produto; b) estudo da viscosidade máxima para cada atomizador, para não ocorrer entupimentos do equipamento; c) concentrações de sólidos acima de 30% (trinta por cento), não expondo por muito tempo o produto ao ar de secagem e para o controle dos valores de tensão superficial, para que haja a atomização (PATEL *et al.*, 2009).

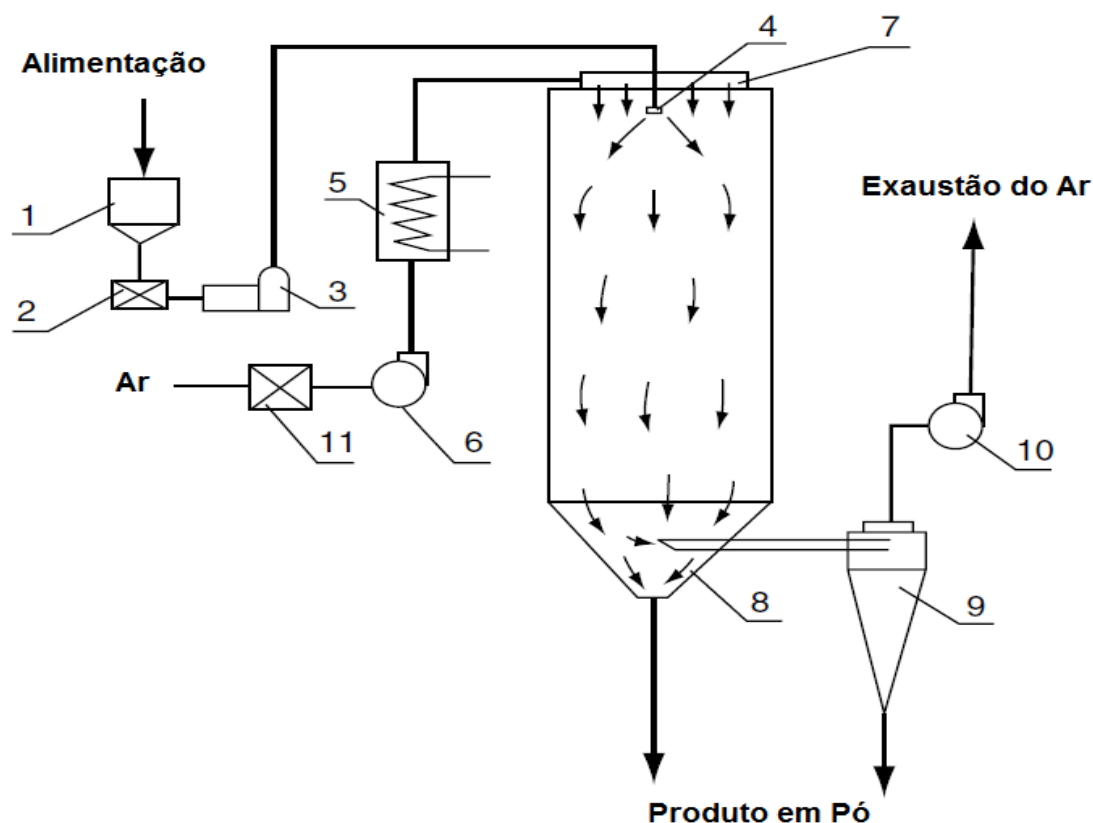


Figura 2.3 - Diagrama esquemático de um Spray Dryer: tanque de alimentação (1), filtro (2), bomba alimentadora (3), atomizador (4), aquecimento do ar (5), ventilador (6), entrada do ar (7), câmara de secagem (8), ciclone (9) e sistema de exaustão do ar (10).

Fonte: Filkova *et al*, 2006.

2.3.1 Processos de Atomização

O processo de atomização é a etapa mais importante da secagem por *spray dryer* sendo responsável pelo aumento da superfície de contato entre o produto e o ar de secagem, favorecendo uma transferência rápida de calor e massa entre eles (MASTERS, 1972). O jato do líquido, ao sair do atomizador, sofre ação de forças destrutivas e coesivas, dando origem as oscilações e perturbações, formando um nevoeiro de partículas (QUEIRÓS, 2011). De modo geral, a atomização é consequência da aplicação de energia sobre o líquido até que haja o seu rompimento e desintegração originando o *spray* (KAJIYAMA & PARK, 2010).

É nesta etapa que fatores como tamanho das gotas, distribuição da trajetória e velocidade de aspersão são controlados para maior qualidade do produto final (CHEN, 2008).

Considerado como componente principal, os atomizadores devem seguir algumas importantes funções como: a) dissipar o líquido em partículas menores, distribuindo no interior da câmara de secagem e promovendo a mistura efetiva com ar quente, b) deve gerar partículas de tamanho bem controlado para que não haja formação de partículas grandes (não

completando o processo de secagem) ou partículas muito pequenas, acarretando danos ao material (PATEL *et al.*, 2009).

2.3.1.1 Tipos de atomizadores

Muitos são os tipos de atomizadores utilizados em *spray dryer*. Cada um dos atomizadores é desenvolvido para atender a características de cada produto e cada processo de secagem (MASTERS, 1972; OMER & ASHGRIZ, 2011). A Tabela 2.1 apresenta algumas características dos atomizadores mais usados.

Também conhecido como atomizador de rodas, o atomizador rotativo tem um funcionamento baseado na rotação de uma roda perfurada. A aspersão é causada pela centrifugação do fluido que se desintegra nas bordas do equipamento. Os ângulos de aspersão apresentam valores maiores que 120°, formando uma ampla névoa, requerendo equipamentos com câmaras de secagem bastante largas. A velocidade linear dos atomizadores pode variar de 10 a 30.000 rpm. Apresentam alta produção e são indicados para uma ampla gama de produtos de diferentes viscosidades (MASTERS, 1972 e FILKOVÁ *et al.*, 2006).

Tabela 2.1 - Quadro resumo com as características de alguns atomizadores

Atomizadores	Características			
	Consumo de energia	Tamanho das partículas	Padrão de atomização (ângulo)	Aplicações
Rotativo	Consumo mediano	1 – 600 μ m	> 120°	Alimentos
Pressão	Baixo consumo	10 – 800 μ m	40 – 140°	Não utilizado para materiais viscosos e abrasivos
Pneumático	Alto consumo	5 – 300 μ m	5 – 140°	Alimentos
Ultrassônico	Baixo consumo	5 – 1000 μ m		Em desenvolvimento.

Fonte: Adaptado de Masters (1972), Filková *et al.* (2006) e Chen (2008).

Os atomizadores de pressão funcionam com a passagem do fluido em alta velocidade sobre os bocais, causando um aumento de pressão para valores de 5 a 7 MPa. Ao sair dos bicos, o padrão de atomização se apresenta com ângulos variando de 40 a 140°, reduzindo a largura dos equipamentos, mas aumentando o seu comprimento. A vazão para estes equipamentos não podem exceder a 100 l/h, sendo necessária a utilização de mais bicos por câmara de

secagem para maiores produções. Não são indicados para líquidos muito viscosos e abrasivos, devido à facilidade de entupimento dos bocais. (MASTERS, 1972 e FILKOVÁ *et al.*, 2006).

Também conhecido como bocal de dois fluidos, o funcionamento dos atomizadores pneumáticos é baseado na mistura de ar com o líquido e depois submetido ao bocal para atomização. Alguns atomizadores pneumáticos fazem a mistura nos próprios bocais. Apresentam baixos ângulos de aspersão entre 5 e 140° e grande capacidade de produção, podendo chegar até 1 ton/h com partículas variando de 5 a 300 µm. A principal desvantagem o alto custo de ar-comprimido envolvido no processo (MASTERS, 1972 e FILKOVÁ *et al.*, 2006).

A câmara de secagem é o local onde, efetivamente, acontece a secagem do fluido. Depois da atomização, as partículas são lançadas para este recipiente que, em contato com ar quente e seco, sofrem desidratação.

Podem-se definir as equações de balanço massa de água e térmico, respectivamente, para o processo de secagem:

$$m_{ar}.W_{entrada} + m_{solução} \cdot (1 - ST_A) = m_{ar}.W_{saída} + m_{produto}.X_p \quad \text{Eq. 01}$$

$$m_{ar} \cdot i_{entrada} + m_{solução} \cdot i_{solução} = m_{ar} \cdot i_{saída} + m_{produto} \cdot i_{produto} \quad \text{Eq. 02}$$

No qual m é a massa, W a umidade, em base úmida, ST sólidos totais, X_p umidade do produto e i as entalpias.

A Figura 2.4 representa um dos mecanismos de secagem da partícula dentro das câmaras de secagem: Na primeira etapa a gota é formada pelo bico atomizado e entra em contato com ar quente dentro da câmara. Logo após esse primeiro contato, há formação de uma camada fina de material de parede, através da precipitação desse material. Quando esse material precipita e entra em contato com o ar quente, ocorre a sua desnaturação e conseqüentemente a formação de uma crosta e a diminuição da gota, devido a evaporação da água. Na segunda etapa, ocorre a diminuição da gota e o aumento da crosta até estabilizar, reduzindo ao máximo a transferência de massa entre a gota e o ar, indicando o final da secagem.

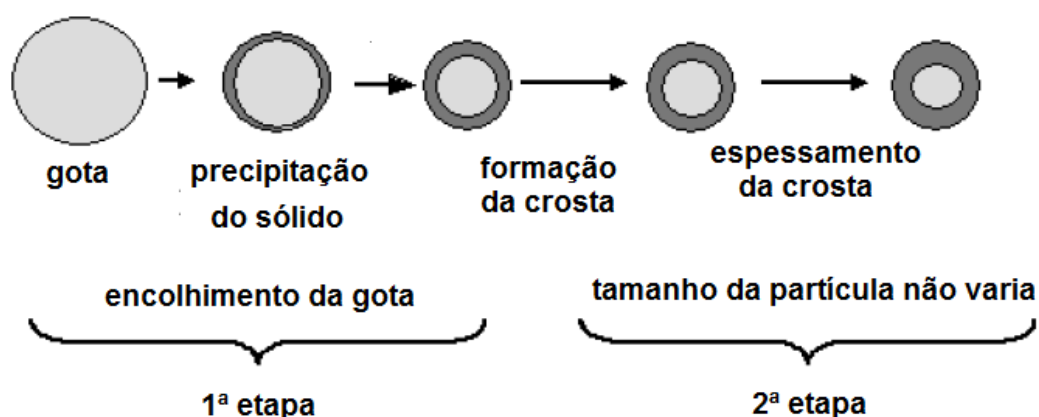


Figura 2.4 - Etapas de formação do microencapsulado dentro da câmara de secagem em equipamentos spray dryer.

Fonte: PASSOS E BIRCHAL, 2010

2.4 MICROENCAPSULAÇÃO

O processo de microencapsulação é uma operação unitária que envolve o empacotamento de partículas sólidas ou pequenas gotas de substância como pigmentos, nutrientes, enzimas e outros; utilizando uma emulsão contendo a substância a ser encapsulada e um agente de encapsulação com posterior processo de secagem. O composto encapsulado é chamado de núcleo ou recheio; e o material envoltório, que forma a capsula, é denominado encapsulante, cobertura ou parede (RÉ, 2000; AZEREDO, 2005; SUAVE *et al.*, 2006; REBELLO, 2009; MENEZES *et al.*, 2013).

As capsulas podem ser classificadas quanto ao seu tamanho. Partículas com tamanho maiores que 5000 μm são classificadas como macrocápsulas, entre 1 e 1000 μm microcápsulas e entre 10 a 1000 nm como nanocápsulas (SILVA *et al.*, 2003; AZEREDO, 2005; FAVARO-TRINDADE *et al.*, 2008). Em termos de sua forma, as microcápsulas podem ser divididas em 2 grupos, sendo o primeiro o que nitidamente concentra o núcleo na região central e o segundo no qual o núcleo preenche toda a matriz (REBELLO, 2009). Quanto a estrutura interna e morfologia, as cápsulas são classificadas como microcápsulas, que constituem um sistema reservatório; e as microesferas, que constituem um sistema monolítico (COSTA, 2013).

Os métodos de microencapsulação podem ser classificados como (SANTOS *et al.*, 2000):

- Métodos Físicos: *Spray drying*, *spray cooling*, pulverização em banho térmico, leito fluidizado, extrusão centrífuga com múltiplos orifícios, co-cristalização e liofilização;
- Métodos Químicos: inclusão molecular e polimerização interfacial; e

- Métodos Físico-químicos: Coacervação ou separação de fases, emulsificação seguida de evaporação do solvente, pulverização em agente formador de reticulação e envolvimento lipossômico.

As principais vantagens dos processos de microencapsulação são a facilidade na manipulação e transporte; permissão de novas possibilidades para suprir necessidades e limitações da indústria de alimentos; redução da volatilidade e a reatividade das substâncias encapsuladas além do aumento a sua estabilidade a condições ambientais adversas como oxigênio, luz e pH extremos (FAVARO-TRINDADE *et al.*, 2008; MÜLLER, 2011).

Já a utilização do processo de atomização para a microencapsulação se mostra vantajoso devido a possibilidade de se formar capsulas muito pequenas (menores que 100 μm), tornando o produto muito solúvel (AZEREDO, 2005).

No processo de atomização, algumas características, como cor e sabor, podem ser afetadas, tanto pelo material utilizado (concentração, composição e viscosidade, dentre outras características) ou pelos parâmetros de secagem (temperaturas de entrada e saídas do ar, vazão de alimentação, velocidade de secagem, etc.). O controle de todas as etapas é muito importante para o processo ser eficiente, garantindo a qualidade final do produto (RÉ, 2000; MOREIRA, 2007).

O *spray drying* é um dos métodos mais utilizados para microencapsulação e foi objeto de estudo neste trabalho. Neste método, a substância a ser encapsulada é dissolvida, homogeneamente em uma solução aquosa que contém o material de parede. Após o preparo dessa emulsão, ela é atomizada numa corrente de ar quente, acarretando a evaporação do solvente e a formação da parede de isolamento do núcleo com o meio externo. No processo, as variáveis que devem ser controladas, a fim de se obter um material de qualidade, são temperaturas de entrada e saída do ar quente, fluxo de ar de entrada, distribuição da temperatura e umidade e tempo de secagem. A agitação no preparo da emulsão e a técnica utilizada que também interferem no tamanho das partículas, pois quanto mais agitação, mais as partículas de óleo serão quebradas e menor serão as partículas de óleo essencial. (PEREIRA, 2007; PASSOS &- BIRCHAL, 2010; BRASILEIRO, 2011).

Tonon (2009) elenca as vantagens e desvantagens (Tabela 2.2) da microencapsulação por atomização.

Tabela 2.2 - Vantagens e desvantagens da microencapsulação utilizando processo de atomização.

<i>Vantagens</i>	<i>Desvantagens</i>
<i>Baixo custo de operação</i>	<i>Produção de cápsulas não uniformes</i>

<i>Cápsulas com alta estabilidade e rápida solubilidade</i>	<i>Produção de pós finos, podendo causar aglomeração</i>
<i>Alto rendimento</i>	<i>Possibilidade de degradação do material pelo calor</i>
<i>Tamanho pequeno</i>	<i>Limitações na escolha do material de parede (baixa viscosidade e altas concentrações)</i>

Fonte: Tonon (2009).

Devido à temperatura elevada de processo, concomitante com o curto tempo de permanência do produto na câmara de secagem, o processo de secagem por atomização é muito utilizado na microencapsulação. Essas características de processo geram produtos de alta qualidade e que possibilita a proteção contra luz, umidade e microrganismos, fatores que degradam os óleos essenciais (RÉ, 2000; COSTA, 2013).

Uma das principais causas do aumento dos estudos envolvendo a microencapsulação é a aplicação na liberação controlada de ingredientes e/ou aditivos em alimentos. A liberação controlada é definida como um método pelo qual um ou mais ingredientes ativos são disponibilizados em intervalos de tempos definidos através de estímulos induzidos pela mudança de temperatura e pH (PARIZE, 2003).

Fatores de qualidade do produto devem ser estudados com intuito de otimizá-lo. Muller (2011) cita algumas características que devem ser consideradas como o tamanho da partícula, que interfere diretamente na liberação do material encapsulado, pois partículas de diâmetros menores, com maiores superfícies de contato, favorecem a liberação.

2.4.1 Material de Parede

Para uma melhor garantia da retenção do material volátil dentro do material encapsulante, é necessário garantir que, durante o processo de secagem, o material de parede forme rapidamente um filme semipermeável ao redor do núcleo, ou seja, que possa possibilitar a difusão da água através dos poros da partícula e retenha o material em seu interior. Quanto mais resistente a deformações superficiais do envoltório, maior será a efetividade da parede em reter o composto em seu núcleo. Esta capacidade de se manter íntegra durante todo o processo de secagem, bem como armazenamento e transporte é um dos grandes desafios buscando-se polímeros capazes de garantir a integridade final da partícula (ROSENBERG, M., YOUNG, S. L. *apud* ASCHERI *et al.*, 2003). O material encapsulante deve ser semipermeável, apresentando morfologia esférica, resistente e de diâmetros menores que 1 mm (MENEZES *et al.*, 2014), A Tabela 2.3 apresenta um compilado de tipos de materiais de parede e exemplos.

Tabela 2.3 - Tipos de Materiais de Parede.

Tipos de Materiais de Parede	Exemplos
Carboidratos	Amido, dextrinas, açúcar, xarope de milho, celulosas e quitosana.
Gomas	Goma arábica, alginato de sódio, carragena.
Lipídeos	Cera, parafina, triestearina, ácido esteárico, monoglicerídeos e diglicerídeos, óleos e gorduras hidrogenadas.
Poliésteres naturais	Poli(hidroxicarboxilatos), tais como o poli (3-hidroxiacetato) P(3HA), poli (3-hidroxi- β -butirato) P(3HB), poli (3-hidroxi- γ -valerato) P(3HV) e seus copolímeros.
Polímeros sintéticos	Poli(D, L-ácido láctico) (PDLA), poliacrilatos, copolímeros de polietileno-co-propileno, poli (ϵ -caprolactona) (PCL).
Proteínas	Glúten, caseínas, gelatina, albumina.

Fonte: SUAVE, et al. (2006), BRASILEIRO (2011) e MATTÉ & SOUSA (2013)

Os encapsulantes mais utilizados nos processos de microencapsulação são os hidrocolóides de gomas vegetais, gelatinas, amidos, dextrinas e quitosana (SUAVE *et al.*, 2006; PEREIRA, 2007). Os carboidratos são os mais utilizados como material de parede devido sua capacidade de se ligar a compostos aromáticos, seu baixo custo e diversidade (AZEREDO, 2005).

Algumas características muito importantes devem ser levadas em consideração na escolha do material de parede adequado para cada tipo de material a ser microencapsulado como baixa viscosidade a elevadas temperaturas; de fácil manuseio durante o processo; ter uma boa capacidade de se incorporar ao material do núcleo, e proteger contra condições adversas como oxigênio, luz e pH; apresentar baixa higroscopicidade, evitando aglomerações; não ser reativo com o material do núcleo; apresentar boas características organolépticas, baixa viscosidade em altas concentrações, baixo custo e fácil acesso (SUAVE *et al.*, 2006; BRASILEIRO, 2011; VASISHT, 2014).

2.4.1.1 Goma Arábica

Obtido do caule e dos ramos das árvores de acácias, a Goma Arábica, representada estruturalmente na Figura 2.5, é um polímero de polissacarídeo de cadeia longa bastante ramificada formada por galactose, arabinose, ramnose e ácidos glucurônicos, e com alta capacidade de absorver água em sua estrutura. É formada por duas frações, sendo a primeira

formada por polissacarídeos, com pouco ou nenhum material nitrogenado; e a segunda por uma parte proteica (cerca de 2%) ligada em sua estrutura interna (YANG *et al.*, 2009).

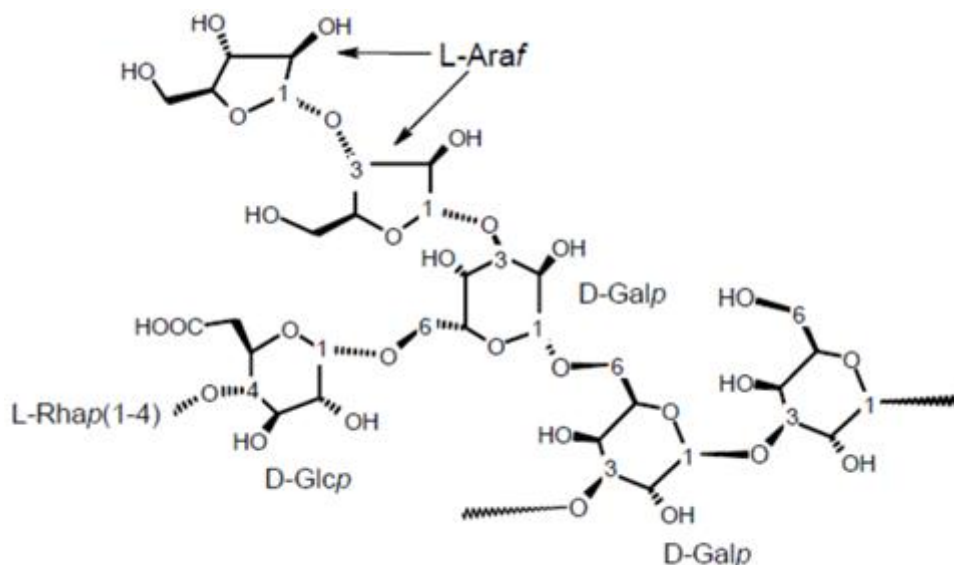


Figura 2.5 - Principal unidade repetitiva da Goma Árábica.

Fonte: FÁVARO *et al.* (2006)

Na indústria, a goma arábica apresenta uma infinidade de utilizações como estabilização de emulsões, inibição de liberação de água, controle da viscosidade, cristalização e suspensão de partículas (SANTANA, 2013).

A goma arábica é muito utilizada na indústria de alimentos por ser inodora, incolor e sem sabor, não afetando os atributos sensoriais do produto. Em concentrações menores que 40%, a goma arábica se comporta com fluido Newtoniano e em concentrações maiores, se torna um pseudoplástico. Além disso, a goma arábica é compatível com outros carboidratos, proteínas e amidos modificados, o que torna viável a mistura com outros tipos de material de parede, potencializando a microencapsulação (WANDREY *et al.*, 2010)

No processo de microencapsulação, a goma arábica é muito utilizada por sua capacidade de formar emulsões, retardando a coalescência das partículas, e por formar uma forte camada protetora, aumentando a qualidade do produto encapsulado (JAFARI *et al.*, 2012). Trabalhos como a microencapsulação de óleo essencial de alecrim de Fernandes *et al.* (2013) de polpa de pequi e leite de coco do babaçu de Santana *et al.* (2013) e de antocianinas das pétalas do açafraão de Khazaei *et al.* (2014) são exemplos recentes de publicações nesta área.

Devido ao alto custo do material, muitos processos de microencapsulação vêm agregando outros materiais junto à goma, principalmente os hidratos de carbono, como maltodextrinas e amidos modificados (COSTA, 2013; CHRANIOTI & TZIA, 2013). Mas por suas características singulares, que garantem a estabilidade da emulsão, muitos outros materiais de parede não podem ser comparados ao poder da goma arábica (JAFARI *et al.*, 2012).

2.4.1.2 Isolado Proteico

O soro de leite é um subproduto da indústria de leite e nos últimos anos vem ganhando um grande espaço no mundo científico pelo seu alto valor proteico. Antes descartadas como resíduo, causando principalmente danos a natureza, por seu alto grau poluidor da água, hoje o soro de leite tem um valor de mercado até maior que os outros produtos lácteos (FLORES *et al.*, 2014). É obtido do líquido residual da produção de queijos ou caseína, a partir da coagulação do leite (CASTRO-CISLAGHI *et al.*, 2012).

O soro é formado, em média, por 93% de água, 5% de lactose, 0,9% de proteínas, 0,3% de gordura, 0,2% de ácido láctico e quantidades pequenas de vitaminas. Por ser altamente solúvel, é muito utilizado na indústria de alimentos, principalmente para emprego em bebidas lácteas. (WIT, 1998; SGARBIERI, 2004).

As proteínas que compõem o soro de leite são: α – lactalbumina (0,15% peso total do soro); β – lactoglobulina (0,4%); imunoglobinas (0,1%) e albuminas (0,04%). São desnaturadas a temperaturas superiores a 70°C e em temperaturas superiores formam géis. Em concentrações menores que 12% p/p se comportam como fluidos Newtonianos e em concentrações maiores, termoplásticos. Podem ser classificadas como Concentrado Proteico de Soro de Leite (WPC, em inglês) e Isolado Proteico de Soro de Leite (WPI, em inglês). Enquanto os WPC contêm entre 35 e 80% p/p de proteínas, as WPI contêm mais de 90% (WANDREY *et al.*, 2010).

Por suas propriedades geleificantes, as proteínas do soro do leite tem sido motivo de estudos na indústria de alimentos, principalmente na de microencapsulação e produtos que necessitam manter emulsão por determinado tempo, se apresentando como uma boa alternativa tecnológica e um apelo ecológico grande, devido à grande quantidade de soro produzido pelas indústrias de laticínios e ao seu potencial poluidor (ROMAN & SGARBIERI, 2007). No trabalho de Roman & Sgarbieri (2007) ficou comprovado o alto poder solúvel do isolado proteico de soro de leite, o que é um fator essencial aos processos de microencapsulação.

2.4.1.3 Maltodextrina

A maltodextrina (fórmula estrutural: $(C_6H_{12}O_5)_n H_2O$), representada na Figura 2.6, é definida como um amido hidrolisado (batata, milho, etc.) no qual apresenta dextroses equivalentes menores que 20% de sua composição. São polímeros de D-glicose conectados através de ligações α -(1,4) (SHAHIDI & HAN, 1993; COSTA, 2013). Dextrose equivalente é uma medida que relaciona o poder redutor de um polissacarídeo derivados de amido, em comparação com D-glicose, em base seca, ou seja, quanto maior o valor de dextroses equivalentes, mais hidrolisado é o amido (WANG E WANG, 2000).

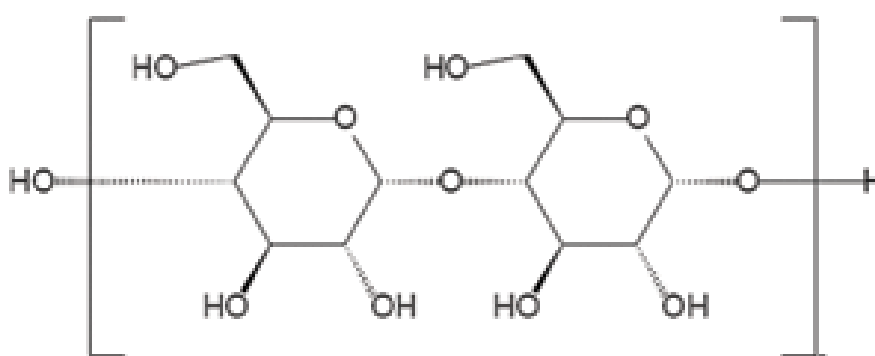


Figura 2.6 - Estrutura química da maltodextrina.

Fonte: CARARETO et al. (2010).

A quantidade de dextrose na maltodextrina pode ser um fator importante para a microencapsulação de compostos voláteis. Estudos de Bae e Lee (2008) demonstraram que a concentração de maltodextrina no material de parede, favorece a formação de uma camada mais rígida ao redor do composto volátil.

Uma vantagem muito importante do uso da maltodextrina como material de parede em processos de encapsulação é o custo baixo do material. A maltodextrina é usada como substituto parcial em emulsões com goma arábica, já que essa goma gera um alto custo ao produto final (COSTA, 2013).

Como no caso da goma arábica e do isolado proteico, há muitas pesquisas envolvendo a utilização da maltodextrina como material de parede em processos de microencapsulação. Marques et al. (2014) estudaram as diferentes concentrações de maltodextrina na produção de microencapsulados de amido de milho verde e obtiveram bons resultados quanto a solubilidade e morfologia da partícula.

Outro importante e recente trabalho realizado por Valenzuela & Aguilera (2014) sobre os efeitos da adição de maltodextrina na secagem de casca de frutas demonstraram que a substituição de 15% de maltodextrina, reduzia em cerca de 45% a absorção de umidade durante o seu armazenamento.

2.4.2 Caracterizações das micropartículas

Nos processos de microencapsulação, as propriedades físico-químicas dos pós são muito importantes para compreensão do processo, avaliando sua eficiência e características, podendo prever seu comportamento ao armazenamento e degradação. Estas propriedades são influenciadas pela natureza do produto (teor de sólidos e viscosidade) e parâmetros de processo (temperatura de secagem, vazão de alimentação, tipo de atomizador, etc.) (SOUZA *et al.*, 2010).

Propriedades como umidade e higroscopicidade dos pós são parâmetros que podem caracterizar a estabilidade do produto quando armazenados. Diante destas informações, é possível conhecer o comportamento das partículas quando estocadas em locais com diferentes valores de umidade relativa e prever a absorção de água e consequentemente danos a qualidade do produto final. Segundo Masters (1985), para um bom processo de secagem por atomização, a umidade não deve apresentar valores maiores que 5%. Partículas com alto teor de umidade podem favorecer o crescimento de microrganismos degradadores (TONON, 2009; BARBOSA-CANOVÁS & JULIANO, 2005).

Não há um valor ótimo para higroscopicidade de produtos em pó pois a quantidade de água absorvida não deve comprometer a integridade da qualidade do produto durante o armazenamento, ficando difícil mensurar um valor exato (BHANDARI *et al.*, 2008).

Densidade é um parâmetro muito utilizado para estocagem de produtos em pó, pois é a partir desta característica que se pode mensurar o espaço ocupado por determinada quantidade deste produto. Em processos de microencapsulação, a densidade mais utilizada como parâmetro para estocagem é a densidade aparente (ρ_{bulk}) que considera o volume de material e o volume de ar entre partículas (TONON, 2009; BARBOSA-CANOVÁS & JULIANO, 2005).

Alguns parâmetros que descrevem a fluidez de produtos em pó relacionados a densidade de são muito utilizados em estudos de microencapsulação. Sugerido por Carr (1965), o índice Carr (IC) é um valor adimensional que indica a compressão de um material particulado e a tendência ao escoamento. IC maiores que 20% indicam muita compressibilidade das partículas, sendo pouco fluidas quando empacotadas e armazenadas.

O IC que descreve a compressibilidade de pós é determinado pela Eq. 4:

$$IC = \frac{\rho_{tapped} - \rho_{bulk}}{\rho_{tapped}} * 100 \quad \text{Eq.4}$$

Sendo ρ_{tapped} , densidade aparente compactada e ρ_{bulk} , densidade aparente.

A Tabela 2.4 traz os intervalos e classificações para o IC:

Tabela 2.4 - Índice Carr e classificação da compressibilidade de pós.

<i>Índice Carr (CI) (%)</i>	<i>Compressibilidade</i>
<15	Muito Boa
15 – 20	Boa
20 – 35	Média
35 – 45	Ruim
> 45	Muito Ruim

Fonte: Jinapong et al. (2008)

A razão Hausner é parâmetro utilizado para determinar a capacidade de escoamento de um material granular ou em pó. A razão é calculada pela razão entre a densidade aparente compactada (ρ_{tapped}) e a densidade aparente (ρ_{bulk}) (Eq. 5):

$$HR = \frac{\rho_{tapped}}{\rho_{bulk}} \quad \text{Eq. 5}$$

A classificação da HR está descrita na Tabela 2.5:

Tabela 2.5 - Razão Hausner e Classificações para escoamento de materiais granulares.

<i>Razão Hausner (HR)</i>	<i>Classificação</i>
< 1,2	Baixa
1,2 – 1,4	Intermediária
> 1,4	Alta

Fonte: Jinapong et al. (2008)

O escoamento de produtos em pó depende de diversas características das partículas como umidade, densidade e composição, forma e distribuição do tamanho de partículas (JULIANO & BARBOSA-CÁNOVAS, 2010).

Considerando a microestrutura das partículas, Tonon (2009) cita que este parâmetro é muito relevante e deve ser bem observado pois ele caracteriza o formato das partículas e sua capacidade de proteção do material do núcleo. Materiais com estrutura mais lisa fornecem uma proteção melhor em comparação a partículas com parede mais irregular. Segundo Rosenberg *et al.* (1990), as estruturas das microcápsulas estão diretamente relacionadas ao escoamento dos pós.

Também conhecida como umectabilidade, a molhabilidade é caracterizada como a susceptibilidade das partículas em serem penetradas pela água (VISSOTTO *et al.*, 2006). Partículas pequenas tendem a formar uma superfície viscosa, dificultando a dispersão do pó (ZOTARELLI, 2014). Partículas com alto teor de óleos ou gorduras tendem a repelir a água, dificultando a molhabilidade (VISSOTTO *et al.*, 2006).

O termo solubilidade pode ser considerado inexato já que muitos produtos em pó contêm substâncias hidrofóbicas como gorduras, mas devido a ampla divulgação do termo no meio científico, é utilizado para descrever a reconstituição do produto em pó em água. (VISSOTTO *et al.*, 2006). A solubilidade é um dos pontos críticos de referência pela indústria e pelos consumidores como um dos fatores de qualidade do produto. É esperado por eles que a solubilização seja rápida, formando uma solução homogênea, sem partículas sobrenadantes ou corpo de fundo. Fatores como tamanho de partícula, forma, composição e propriedades da superfície e presença de aditivos insolúveis são parâmetros que influenciam na solubilidade de microencapsulados (BHANDARI *et al.*, 2008). A solubilidade de um produto em pó pode ser utilizada para caracterizar a capacidade do pó em se manter solução homogênea com água. Proteínas do soro do leite sofrem desnaturação em temperaturas acima de 70 °C, reduzindo sua solubilidade em água (ENNIS & MULVIHILL, 2000).

O tamanho das partículas é considerado um fator influente no tempo de reconstituição de um produto em pó. A caracterização do tamanho das partículas é um parâmetro primário no estudo de alimentos em pó e é um parâmetro utilizado para caracterizar processo e embalagem e estocagem. É definido como o tamanho médio dos diâmetros das partículas. Partículas pequenas apresentam menor umidade e são menos susceptíveis a danos pelo calor já que a área superficial é maior e o tempo de secagem é menor. Uma distribuição do tamanho de partículas muito grande está relacionada com a má qualidade do processo (BARBOSA-CÁNOVAS *et al.*, 2005; BHANDARI *et al.*, 2008). O tamanho das partículas pode influenciar na solubilidade, escoamento e capacidade de reidratação de produtos em pó.

Dependendo do produto, também pode influenciar nas características sensoriais como sabor, odor e textura e na qualidade final (TONON, 2009).

Para uma melhor comparação com os valores medidos, foi calculado a distribuição do tamanho das partículas (*span*) pela Eq. 6:

$$span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \quad \text{Eq. 6}$$

em que d_{90} , d_{50} e d_{10} correspondem ao diâmetro médio equivalente a 90%, 50% e 10% do volume cumulativo, respectivamente. Os valores de *span* caracterizam o quão homogêneo é a distribuição do tamanho das partículas, ou seja, quanto maior o valor do *span*, mais heterogênea ou polidispersa é a sua distribuição (HIJO et al., 2014).

Em processos de atomização, as características estruturais das partículas são relevantes para conhecimento da técnica e do comportamento do material de parede e integridade do material do núcleo durante o processamento e armazenamento. Características como amassados, rugas, bolhas, crateras, rachaduras, vacúolos e etc., e algumas características internas como partículas sólidas, ocas e porosas são comumente observadas com o intuito de se classificar o processo de atomização como bom ou ruim. A Figura 2.7 mostra um exemplo de uma estrutura de uma partícula formada em secadores por atomização.

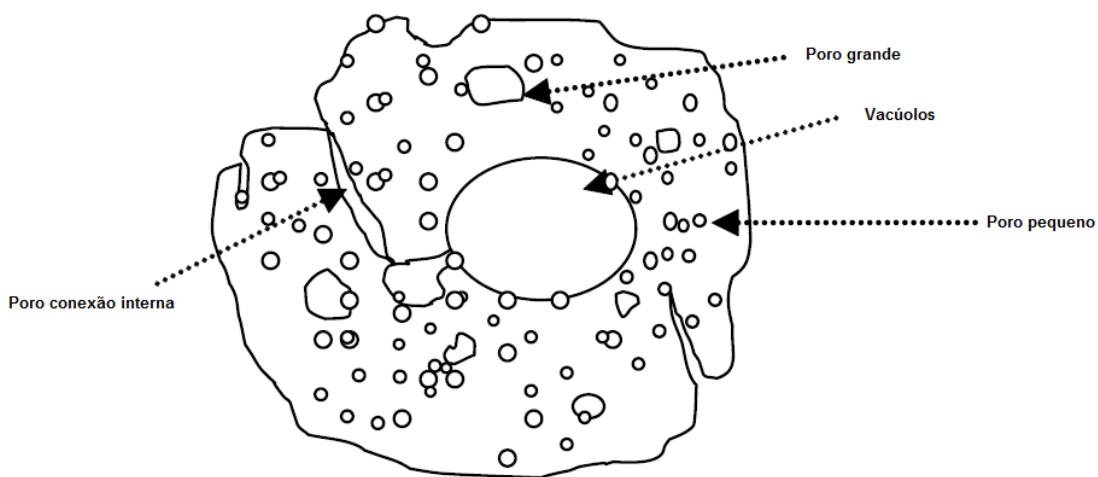


Figura 2.7 - Diagrama esquemático de uma partícula seca através de secagem por atomização e sua estrutura.

Fonte: BHANDARI et al., 2008

Técnicas de visualização microscópicas são muito utilizadas em processos de microencapsulação para se verificar a morfologia das partículas, avaliando e classificando sua forma, porosidade e integridade; sendo a microscopia eletrônica de varredura (MEV) é técnica

mais utilizada. A figura 2.8 mostra os diferentes tipos de morfologias das partículas de alimentos em pó obtidas em processos de microencapsulação. Segundo Tonon (2009) e Walton (2000) é difícil definir quais variáveis do processo de microencapsulação por atomização influenciam nas características morfológicas das partículas, de uma forma geral. Temperatura do Ar de entrada, vazão de alimentação, tipos de materiais de parede e formulações são os parâmetros mais considerados na avaliação da morfologia das partículas.

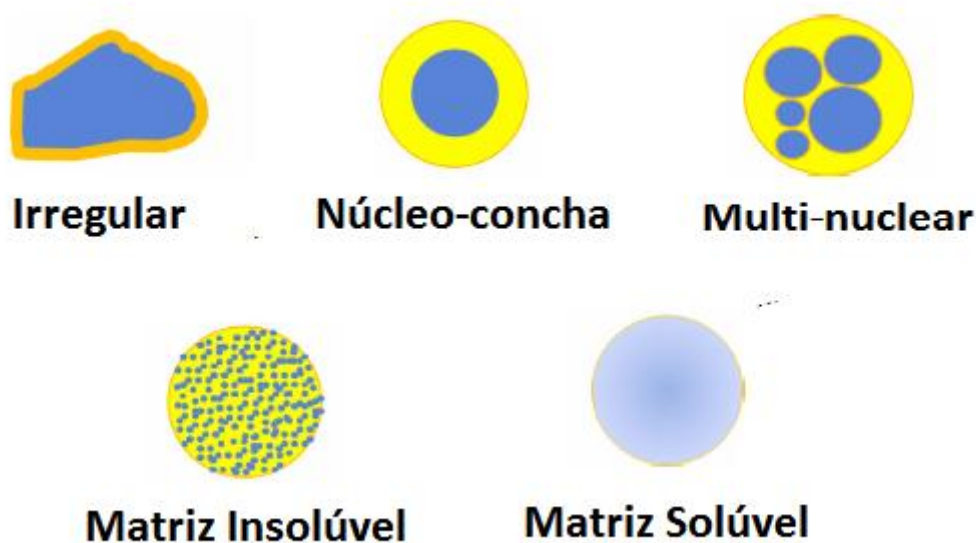


Figura 2.8 - Morfologia das Partículas em processos de microencapsulação por atomização.

Fonte: Vasisht, 2014.

A escolha do material de parede é um fator muito importante pois deve se comportar com uma barreira, protegendo a integridade do material encapsulado. Fatores externos que podem degradar o material nuclear como quantidade de água e oxigênio, pressão de compressão e quantidade de calor e luminosidade devem ser considerados em processos de microencapsulação, principalmente quando este material é um alimento. A Tabela 2.6 relaciona a morfologia com a qualidade da proteção do material nuclear contra fatores externos como oxigênio, água, pressão, calor e luz.

Tabela 2.6 – Morfologia das partículas e a qualidade de proteção contra fatores externos.

<i>Morfologia</i>	<i>Fatores externos</i>				
	<i>Oxigênio</i>	<i>Água</i>	<i>Pressão</i>	<i>Calor</i>	<i>Luz</i>
<i>Irregular</i>	<i>Razoável</i>	<i>Razoável</i>	<i>Excelente</i>	<i>Boa</i>	<i>Excelente</i>
<i>Núcleo concha</i>	<i>Boa</i>	<i>Boa</i>	<i>Ruim</i>	<i>Razoável</i>	<i>Bom</i>
<i>Multi-nuclear</i>	<i>Excelente</i>	<i>Excelente</i>	<i>Razoável</i>	<i>Bom</i>	<i>Bom</i>
<i>Matriz insolúvel</i>	<i>Razoável</i>	<i>Razoável</i>	<i>Bom</i>	<i>Ruim</i>	<i>Razoável</i>
<i>Matriz solúvel</i>	<i>Ruim</i>	<i>Ruim</i>	<i>Excelente</i>	<i>Ruim</i>	<i>Ruim</i>

Fonte: Vasisht, 2014

Para que um processo de microencapsulação seja considerado um processo ótimo, principalmente os processos de encapsulação de óleos, um baixo teor de óleo superficial e uma alta eficiência de encapsulação devem ser alcançados. Jafari *et al.* (2008) citam os fatores que influenciam na eficiência de encapsulação em processos de microencapsulação, que constam na Tabela 2.7.

Tabela 2.7 - Fatores que afetam a eficiência de encapsulação em processos de microencapsulação.

<i>Tipo de material do núcleo</i>	✓ <i>Peso molecular</i>
	✓ <i>Volatilidade</i>
	✓ <i>Polaridade</i>
	✓ <i>Concentração</i>
<i>Material de parede</i>	✓ <i>Tipo</i>
	✓ <i>Capacidade emulsificante</i>
	✓ <i>Capacidade de formar filme</i>
	✓ <i>Teor de sólidos</i>
<i>Emulsão</i>	✓ <i>Viscosidade</i>
	✓ <i>Tamanho de partícula</i>
	✓ <i>Estabilidade</i>
	✓ <i>Método de Emulsificação</i>
<i>Parâmetros de secagem</i>	✓ <i>Temperatura de alimentação</i>
	✓ <i>Temperatura de entrada e saída de ar</i>
	✓ <i>Fluxo e umidade do ar</i>
	✓ <i>Tamanho da partícula do pó</i>

Fonte: Jafari et al. (2008).

Hecht & King (2000) citam que há 3 estágios onde acontecem perda de compostos voláteis em processos de atomização: 1) durante a atomização, pois a superfície exposta da gotícula é grande, facilitando a volatilização; 2) após a formação das gotas pois a alta quantidade de água presente na gota impede uma rápida formação de membrana que protege a perda de compostos voláteis; e 3) quando a evaporação da água e o transporte do interior para o exterior carregam compostos. A maior perda é durante terceira fase que correspondente a formação morfológica das partículas.

Combinações de goma arábica e maltodextrina tem se mostrado muito adequadas, acarretando altos valores de eficiência de encapsulação de óleos em diversos estudos. A mesma alta eficiência de encapsulação é observada em processos de microencapsulação com diferentes combinações de isolado proteico de soro de leite e maltodextrina. Uma das únicas desvantagens de se utilizar biopolímeros como material de parede em processos de microencapsulação é que este tipo de material não consegue fazer emulsões finas (tamanho de gotículas pequeno), ocasionando partículas maiores e baixa eficiência de encapsulação (JAFARI et al., 2008).

Análises térmicas são mecanismos importantes para se conhecer a estabilidade de materiais quando submetidos a diferentes temperaturas, sendo muito utilizadas em estudos sobre processos de microencapsulação e características de produtos em pó (IANASHIRO, 2005).

As análises mais utilizadas em processos de microencapsulação são:

- 1) Análises Termogravimétrica (TGA): é a análise térmica que relaciona a variação de massa de uma amostra em função da temperatura;
- 2) Análise Térmica Diferencial (DTA): é a análise térmica que relaciona a diferença de temperatura entre o material analisado e um inerte em função da temperatura; e
- 3) Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC): é a análise térmica que relaciona a variação de entalpia de uma amostra em função da temperatura.

As curvas de DTA são muito utilizadas, juntamente com as curvas de TGA pois elas demonstram o momento exato que uma reação de decomposição inicia e termina, juntamente demonstrada pela variação de massa da amostra, demonstrada pela curva de TGA (MÜLLER, 2011; IANASHIRO, 2005).

Um dos fatores que influencia os aspectos da curva TGA de um material é o tamanho das suas partículas, ou seja, tamanhos menores partículas oferecem menor estabilidade térmica a matérias que partículas grandes (IANASHIRO, 2005).

As curvas de DSC são muito utilizadas para se acompanhar as transformações físicas (fusão, e ebulição) e químicas (decomposição e oxidação) de um determinado material com o aumento de temperatura (IANASHIRO, 2005).

Em resumo, a tabela 2.8 mostra os valores ótimos para parâmetros físico-químicos de alimentos em pó considerando as exigências da indústria e mercado consumidor (BHANDARI *et al.*, 2008).

Tabela 2.8 - Valores ótimos para parâmetros físico-químicos de alimentos em pó.

Parâmetro	Valores ótimos
<i>Umidade</i>	<i>2 – 5% (p/p)</i>
<i>Densidade Aparente e Densidade Aparente Compactada</i>	<i>0,4 – 0,7 g.mL⁻¹</i>
<i>Tamanho de Partícula</i>	<i>10 – 200 µm</i>
<i>Fluidez</i>	<i>Fluxo livre</i>
<i>Molhabilidade</i>	<i>10 – 60s</i>
<i>Solubilidade</i>	<i>92 – 99% (g/100g)</i>

Fonte: BHANDARI *et al.*, 2008.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

Para a microencapsulação, foi utilizado óleo essencial de canela (Tabela 3.1), extraído das folhas (FERQUIMA – São Paulo, Brasil).

Tabela 3.1 - Especificações do fabricante - óleo essencial de canela.

<i>Especificações</i>	
<i>Aparência</i>	<i>Líquido</i>
<i>Cor</i>	<i>Marrom</i>
<i>Impurezas</i>	<i>Isento</i>
<i>Odor</i>	<i>Característico</i>
<i>Densidade (20°C)</i>	<i>1,045 – 1,065 g/ml</i>
<i>Índice de Refração</i>	<i>[-1°; +1°]</i>
<i>Principais componentes</i>	<i>Aldeído cinâmico – 81%</i>
	<i>Cumarina – 3%</i>
	<i>Benzaldeído – 3%</i>
	<i>Álcool Cinâmico – 3%</i>
	<i>Estireno – 3%</i>

Foi utilizado como material de parede Goma Arábica *Instant Gum* (NEXIRA – Brasil); Isolado Proteico de Soro de Leite 9400 (HILMAR INGREDIENTS – EUA) e maltodextrina *Maltogil* 20% dextrose (CARGILL FOODS – EUA).

3.2 MÉTODOS

3.2.1 Preparo da emulsão

Inicialmente, 150 gramas material de parede foram misturados com 350 gramas de água e deixado repouso por 12 horas os testes para a hidratação do material. As emulsões foram preparadas com 30% de material de parede. A proporção de material de parede (Tabela 3.2) e óleo essencial de canela foi de 5% em relação ao material de parede, conforme trabalhos de Azeredo (2005), Frascareli (2010) e Costa (2013).

Tabela 3.2 - Codificação dos testes e respectivas composições de materiais de parede.

<i>Teste</i>	<i>Goma Arábica</i>	<i>Isolado Proteico</i>	<i>Maltodextrina</i>
<i>G</i>	100%	-	-
<i>I</i>	-	100%	-
<i>GM</i>	50%	-	50%
<i>IM</i>	-	50%	50%

As emulsões foram submetidas ao agitador mecânico de hélice por 10 min, em velocidade moderada para evitar formação de espuma, para homogeneização da mistura. Os materiais foram preparados no Laboratório de Processamento de Produtos Vegetais da Universidade Federal de Lavras (UFLA).

3.2.2 Caracterizações da emulsão – Reologia

O comportamento reológico das emulsões foi determinado utilizando-se um reômetro rotacional de cilindros concêntricos Brookfield DVIII Ultra (Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, USA), usando-se adaptador para pequenas amostras 13R/RP (19,05 mm de diâmetro e profundidade de 64,77 mm) e sensor de cisalhamento coaxial SC4-18/13R (17,48 mm de diâmetro e 35,53 mm de comprimento). As amostras foram analisadas à temperatura de $25 \pm 0,1$ °C e submetidas a uma rampa crescente de taxa de deformação que variou linearmente de 171,6 a $316,8 \text{ s}^{-1}$, nos primeiros 4,0 minutos (curva ascendente) e retornou para $171,6 \text{ s}^{-1}$, nos 4,0 minutos seguintes (curva descendente), com objetivo de verificar a existência de tixotropismo. A velocidade rotacional aumentou de 130 a 240 rpm, aumentando 0,45 rpm a cada segundo. O volume de amostra utilizado foi de 6,7 mL.

Os dados experimentais de tensão de cisalhamento e taxa de deformação foram ajustados o modelo de Lei da Potência (Eq. 3):

$$\tau = k(y^n) \quad \text{Eq. 7}$$

τ é a tensão de cisalhamento (Pa); k é o índice de consistência (Pa.s); y é a taxa de deformação (s^{-1}) e n é o índice de comportamento do fluido (adimensional). Os dados foram ajustados através de Regressão Não-Linear utilizando o *software Statística* (Tulsa, EUA) utilizando método de Gauss-Newton, com no máximo 50 interações e critério de convergência de 10^{-6} .

3.2.3 Microencapsulação

Para microencapsular o óleo essencial de canela, foi utilizado um Spray Dryer modelo MSD 1.0 (Labmaq Brasil) (Figura 3.2). Os 4 testes e suas respectivas repetições (triplicata) foram submetidas a secagem em temperatura de ar de entrada e saída de 180°C e 120°C, respectivamente, e vazão de alimentação da emulsão de 0,9 L.min⁻¹. Estes parâmetros de processos foram utilizados baseando nos melhores resultados dos trabalhos de Tonon *et al.* (2011), Botrel *et al.* (2012) e Fernandes *et al.* (2013) Os testes de microencapsulação foram realizados no Laboratório de Processamento de Produtos de Origem Vegetal, da Universidade Federal de Lavras (UFLA).

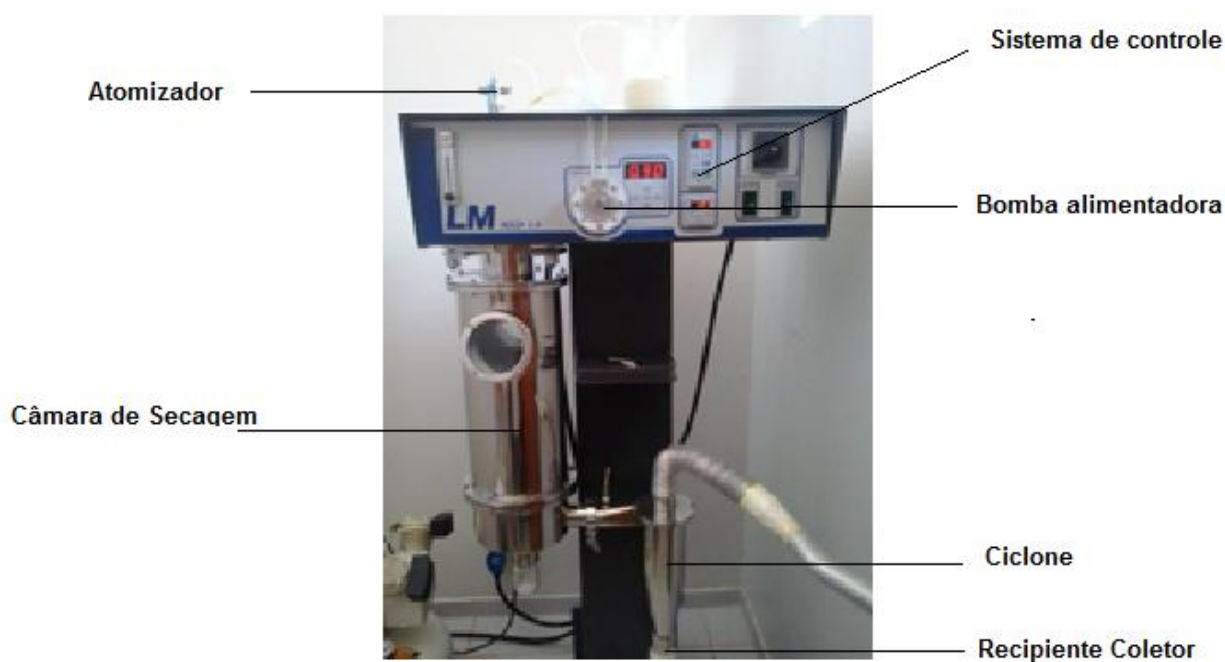


Figura 3.1 - Spray Dryer utilizado na microencapsulação.

3.2.4 Características Físico-químicas das Microcápsulas

Para a caracterização das microcápsulas foram realizadas análises de, umidade, densidade (Aparente e Aparente Compactada), Porosidade (Índice de Carr e Razão de Hausner), Solubilidade, Higroscopicidade, Molhabilidade, Retenção de óleo (Superficial e Total), Morfologia e Tamanho de Partículas, Perfil Cromatográfico e Análises Térmicas (DSC e Tg).

3.2.4.1 Umidade

O conteúdo de umidade das microcápsulas (base seca) foi determinado por meio do método gravimétrico, à temperatura de 105 °C, por 24h (AOAC, 2000).

3.2.4.2 Solubilidade em água

A solubilidade do pó foi avaliada de acordo com o método proposto por Cano-Chauca *et al.* (2005) com modificações. Os pós foram pesados (1 g) e agitou-se em 25 mL de água destilada durante 5 min utilizando um misturador. A solução foi então centrifugada a 3000 rpm durante 10 min. Uma alíquota de 20 mL do sobrenadante foi transferido para o pré-pesados placas de Petri e secas em estufa a 105 °C durante 12 h. Solubilidade (%) foi calculada como sendo a percentagem de sobrenadante seco em relação à quantidade de pó inicialmente adicionado (1 g).

3.2.4.3 Higroscopicidade

Higroscopicidade foi determinada de acordo com o método proposto por Cai e Corke (2000) com algumas modificações. Amostras de cada pó (aproximadamente 1 g) foram colocadas num recipiente com uma solução saturada de NaCl (75,29% de umidade relativa), a 25 °C durante uma semana. Em seguida, as amostras foram pesadas, e higroscopicidade foi determinada como a massa, em gramas, da umidade adsorvida por 100 g de sólido seco (%).

3.2.4.4 Densidade

Para o cálculo de densidade aparente (ρ_{bulk}), foi realizado metodologia proposta por Fernandes *et al.* (2014). Uma proveta de 100 ml foi tarada e adicionado o pó até um certo volume e pesada novamente. A densidade foi calculada pela razão entre a massa de pó na proveta e o volume que ela ocupava.

Para o cálculo da densidade aparente compactada (ρ_{tapped}), também descrita por Fernandes *et al.* (2014) com modificações. Nesta metodologia, foi tarada uma proveta de 100 ml, adicionado pó até um determinado volume. Após a adição do pó, a proveta foi batida em uma superfície sólida por 50 vezes consecutiva para compactação e medido seu peso e volume ocupado. A densidade aparente compactada foi calculada pela razão entre a massa de pó e o volume ocupado após as batidas.

3.2.4.5 Compressibilidade e Escoamento

Para se conhecer sobre a compressibilidade e escoamento das microcápsulas de óleo essencial de canela, foram calculados o Índice de Carr (CI) e a razão de Hausner (HR). A classificação de cada índice encontra-se nas tabelas 2.4 e 2.5.

3.2.4.6 Molhabilidade

A molhabilidade dos pós produzidos a partir de diferentes materiais de parede foi determinada pelo método descrito por Fuchs *et al.* (2006). Um grama do pó foi polvilhado sobre a superfície de 100 mL de água destilada a temperatura ambiente (20°C) sem agitação. O tempo necessário para as partículas do pó sedimentarem ou submergirem e desaparecerem da superfície da água foi medido através de um cronômetro digital e usado para uma comparação relativa entre as amostras

3.2.4.7 Teor de Óleo Superficial e Eficiência de Encapsulação

A quantidade de óleo superficial das microesferas está diretamente relacionada à eficiência de microencapsulação que foi determinada através do método descrito por Bae e Lee (2008). Vinte mililitros de hexano foram adicionados a 2,0 g de pó em um frasco de vidro com tampa, que foi agitado manualmente para extração do óleo livre, por dois minutos à temperatura ambiente. A mistura do solvente foi filtrada através de um filtro de papel Whatman nº 1. O pó coletado no filtro foi “lavado” duas vezes com 20 mL de hexano. Em seguida, foi realizada a evaporação do solvente em estufa à 60 °C até peso constante. A quantidade de óleo superficial foi determinada pela diferença de massa antes e depois da extração com hexano e a eficiência de microencapsulação foi calculada a partir da Eq. 6:

$$EE\% = \frac{OT - OS}{OT} \times 100 \quad \text{Eq. 8}$$

no qual EE é a eficiência de encapsulação, em %; OT é a quantidade de óleo total, em gramas; e OS a quantidade de óleo superficial, em gramas.

3.2.4.8 Análise Microestrutural

O estudo da morfologia das microcápsulas de óleo essencial de canela foi realizado através de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Amostras de microcápsulas foram distribuídas sobre uma fita dupla face de carbono aderidas a um suporte metálico (stubs). Em seguida, as amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura JSM - 6360 – JEOL® (Tóquio – Japão) com voltagem de aceleração de 15 kV.

Para uma visualização da morfologia interna das micropartículas, foi utilizado um Microscópio Eletrônico de Transmissão (MET) Tecnai G2-12 SpiritBiotwin FEI (Oregon – EUA), com voltagem de aceleração de 120 kV. As amostras foram embutidas em resina EpoFix Hardener e cortadas com ultramicrotomo com espessura de corte de aproximadamente 50 nanômetros. Os cortes foram dispostos em telas tipo Lacey Carbon.

As análises microscópicas foram realizadas no Centro de Microscopia da UFMG.

3.2.4.9 Tamanho de Partículas

A análise da distribuição do tamanho de partículas foi realizada em um difratômetro de feixe à laser modelo 12 LA (Sympatech Hellos – Particles size analysis/ Suíça) com lentes focais de 20mm. Foi utilizado álcool etílico 92°GL como solvente para melhor dispersão e análise das partículas. As análises foram realizadas no Departamento de Engenharia de Minas (UFMG).

3.2.4.10 Cromatografia

A análise foi realizada em um cromatógrafo a gás HP 7820A (Agilent) equipado com detector por ionização de chamas. Utilizou-se uma coluna HP5 30m x 0,32mm x 0,25 µm (Agilent). Temperaturas: Coluna de 100°C, 0 min, 5°C/min, até 200°C; injetor (splitless) a 200°C e detector a 220°C. Hidrogênio como gás de arraste (3 ml/min) e volume de injeção de 2µl. Software de aquisição de dados EZChrom Elite Compact (Agilent).

As amostras (~50 mg) foram submetidas a extração de óleo essencial de canela com 500 µl de clorofórmio em banho ultrassônico por 10 minutos. Após centrifugação a 6500rpm uma alíquota de 2µl do sobrenadante foi injetada no cromatógrafo para análise.

Os testes foram realizados no Laboratório de Cromatografia do Departamento de Química da UFMG.

A Figura 3.2 mostra a curva de calibração para área do perfil cromatográfico em função concentrações de cinamaldeído:

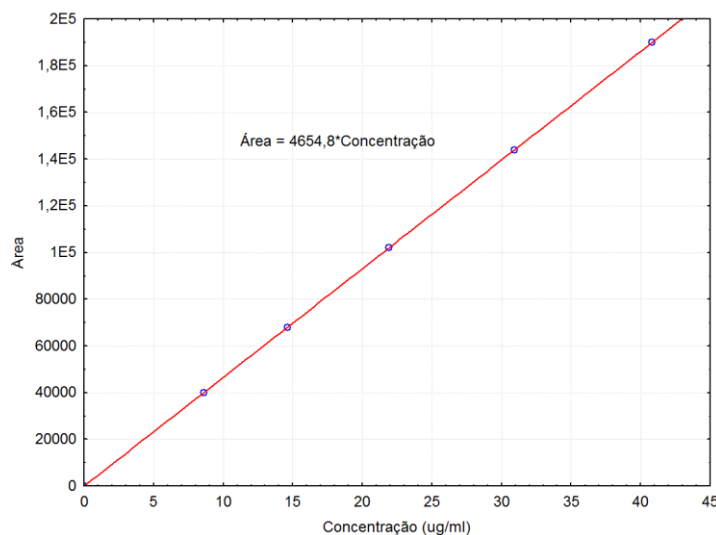


Figura 3.2 - Curva de calibração para óleo essencial de canela.

A curva analítica apresentou um coeficiente de regressão de Person (R^2) de 0,9995 e função da curva $\text{Área} = 4654,8 * (\text{Concentração})$.

3.2.3.11 Análises Térmicas

Foram realizadas análises de Termogravimetria (TGA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). As análises foram realizadas no Laboratório de Análises Térmicas do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

A estabilidade térmica das microcápsulas de óleo essencial de canela foi avaliada por análise termogravimétrica em DTA-TG Shimadzu 60 H (Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão). As análises foram realizadas sob atmosfera de nitrogênio a uma vazão de $100 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, com aquecimento de 30 a 600°C , com uma razão de aquecimento de $10^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

As análises de DSC foram realizadas em equipamento da Shimadzu (Kyoto, Japão) modelo DSC-60. Foram pesados cerca de 2 mg de cada amostra e submetidas a aquecimento a uma taxa de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, em atmosfera de nitrogênio, com fluxo de ar de $50 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$.

Ressalta-se que foi realizado Análise de Variância (ANOVA), para observar a causa da variação nas médias dos dados experimentais, e Teste de Tukey, em nível de 5% de significância para verificar a existência de diferença entre as médias dos testes. Para todas as análises foi utilizado o *software Statistica 7* (Statsoft, Tulsa, EUA).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 CARACTERÍSTICAS DA EMULSÃO - REOLOGIA

O comportamento reológico das emulsões foi avaliado através das curvas de escoamento a temperatura ambiente (25°C).

A Figura 4.1 traz a relação entre a Tensão de Cisalhamento e a Taxa de Deformação.

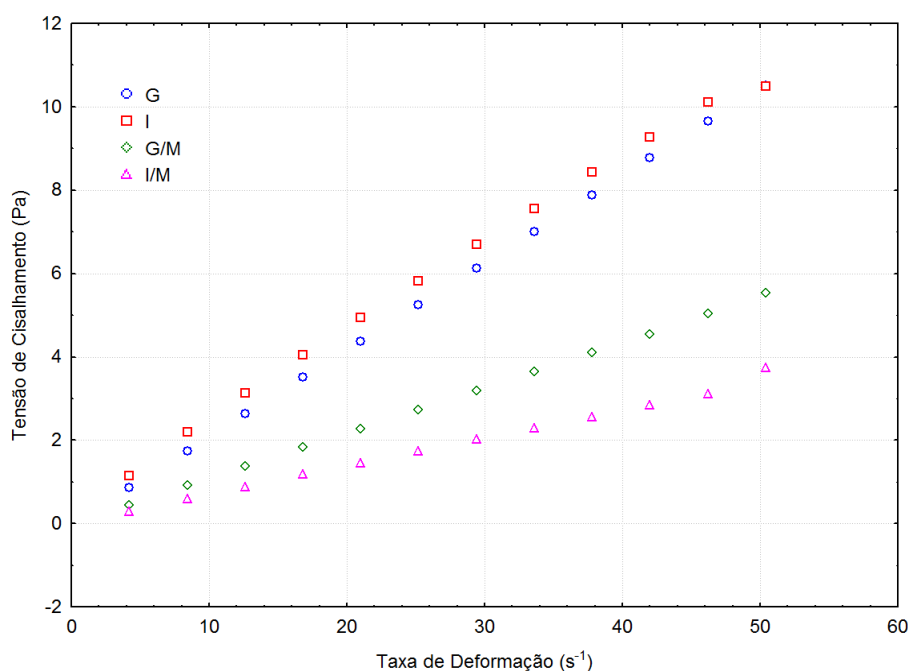


Figura 4.1 - Relação entre Tensão de Cisalhamento e Taxa de Deformação

Observa-se que para os testes com adição de Maltodextrina (G/M e I/M) apresentaram valores menores de Tensão de Cisalhamento.

A Figura 4.2 mostra a relação entre a Viscosidade e a Taxa de Deformação das emulsões. Observa-se que os testes com adição de maltodextrina (Testes G/M e I/M) apresentam menores valores de viscosidade. Costa (2013) ao analisar emulsões para microencapsulação de bioaroma de queijo suíço verificou a redução dos valores de viscosidade quando adicionado maltodextrina.

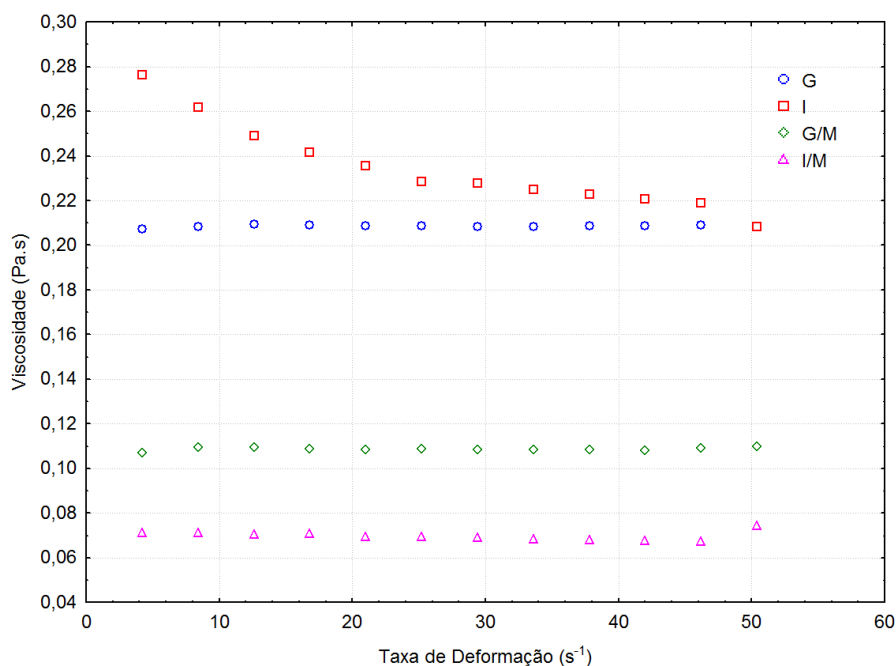


Figura 4.2 - Relação Viscosidade e Taxa de Deformação.

A Tabela 4.1 consta os coeficientes estimados para a Lei de Potência.

Tabela 4.1 - Coeficientes estimados para a Lei de Potência e Valores de Viscosidade Média (Lei de Newton)

Teste	K (Pa.s ^{n})	n	R^2	Erro (%)	μ (Pa.s)
1(G)	0,2073	1,0019	0,999	0,1	0,208
2(I)	0,3248	0,8943	0,999	0,7	0,235
3(G/M)	0,1078	1,0027	0,999	0,5	0,108
4(I/M)	0,0734	0,9854	0,998	1,8	0,069

K : Índice de Consistência; n : Índice de Comportamento do Fluido; R^2 : Coeficiente de Pearson; Erro: Erro médio relativo, μ : Viscosidade

O modelo da Lei de Potência apresentou bom ajuste para todos os testes, com erro médio relativo entre 0,1 – 1,8% e coeficientes de Pearson com valores muito próximos de 1. Como os valores do índice de comportamento ficaram muito próximos de 1 (0,8943 – 1,0027), é possível considerar o fluido como sendo fluidos Newtonianos.

Chranioti & Tzia (2013) ao estudarem a encapsulação de oleoresina de funcho, observaram que emulsões com Goma Arábica apresentaram redução nos valores de viscosidade quando adicionado maltodextrina.

Carneiro (2011) concluiu ao estudar a substituição parcial de diferentes materiais de parede por maltodextrina na microencapsulação de óleo de linhaça que a maltodextrina não aumenta

significativamente a viscosidade das emulsões, podendo ser utilizada em combinação com outros materiais, principalmente pelo seu baixo custo.

Bae & Lee (2008) observaram maiores viscosidade para combinações de maltodextrina e isolado proteico, não corroborando com este trabalho. Isso pode ser explicado pelo uso de maltodextrina menos hidrolisada (5 DE) em comparação com o deste trabalho (20 DE), já que maltodextrinas com baixo teor de dextrose, apresentam cadeias maiores, e consequentemente, viscosidade maior.

Jafari *et al* (2008) reportam que o aumento da viscosidade de uma emulsão pode favorecer na retenção de compostos voláteis já que durante o processo de secagem, uma membrana semipermeável é formada rapidamente, favorecendo a retenção destes compostos.

4.2 CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS

4.2.1 Umidade

A umidade final de um produto é um parâmetro muito importante para conhecermos o grau de perecibilidade de um produto. As médias dos valores de umidade para todos os testes constam na Tabela 4.2. Os dados mostram que os valores de umidade de todos os testes foram muito baixos (1,77 – 4,34%) o que corrobora com os outros trabalhos encontrados na literatura para secagem por atomização de óleos essenciais: (1,11 – 4,16%) (COSTA, 2013), (1,3 – 3,65%) (BOTREL *et al*, 2012).

Tabela 4.2 - Média dos Valores de Umidade - Testes 1 a 4.

Teste	Umidade (%) [*]
G	3,56 ± 0,47 ^a
I	1,77 ± 0,24 ^b
G/M	4,34 ± 0,27 ^a
I/M	1,85 ± 0,48 ^b

^{*}Letras diferentes numa mesma coluna diferem significativamente ($p < 0,05$).

Através de um teste de ANOVA (Tabela 4.3), pode-se constatar que o p-valor demonstra que houve diferença significativa ($p < 0,05$) pelo menos de um valor em comparação ao demais, em relação a umidade final. O teste ANOVA (Tabela 4.2) demonstrou que não houve diferença significativa entre os testes, ou seja, o tipo de material usado como encapsulante não influenciou na umidade final do produto.

Tabela 4.3 - ANOVA para os valores de umidade.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ*</i>	<i>gl**</i>	<i>MQ***</i>	<i>F</i>	<i>p-valor</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	102,8431	1	102,8431	1,426622	0,000001	25,1402
Dentro dos grupos	15,7636	3	5,2545			
Total		8				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Fernandes et al. (2014) também não encontraram diferença significativa para os valores de umidade entre os testes com goma arábica pura ou combinada com maltodextrina para microencapsulação de óleo essencial de alecrim.

Fernandes et al. (2014) observaram valores de umidade próximos ao deste trabalho para microencapsulação de óleo essencial de alecrim utilizando goma arábica (1,64%) e goma arábica/maltodextrina (2,05%). Bae & Lee (2008) observaram valores de umidade ligeiramente maiores na microencapsulação de óleo de abacate (2,24% para testes com isolado proteico e 2,47% para testes com isolado proteico e maltodextrina) podendo ser explicado pela baixa temperatura de saída do ar (80 °C) em comparação com a deste trabalho (120 °C).

Segundo Masters (1985), para um bom processo de secagem por atomização, a umidade não deve apresentar valores maiores que 5% para garantir um prolongamento maior da vida útil do produto.

4.2.2 Solubilidade em água

A solubilidade de quaisquer pós é uma característica extremamente importante já que está relacionada a dispersibilidade e propriedades de reconstituição e ressalta o bom resultado na escolha do material de parede (COSTA *et al.*, 2013).

Os testes G e I (Tabela 4.4) apresentaram os maiores valores de solubilidade dentre todos realizados. Outra observação é que para os testes G/M e I/M (com adição de maltodextrinas) os valores de solubilidade diminuíram em relação aos testes G e I.

Tabela 4.4 - Média dos Valores de Solubilidade - Testes 1 a 4.

<i>Teste</i>	<i>Solubilidade (mg/100g) *</i>
G	49,57 ± 0,91 ^a

I	48,87 ± 0,83 ^a
G/M	37,38 ± 0,25 ^b
I/M	33,04 ± 0,27 ^c

*Letras diferentes numa mesma coluna diferem significativamente ($p < 0,05$).

A Tabela 4.5 traz a ANOVA para os valores de solubilidade dos testes 1 a 4. Ao observar o p-valor, constata-se que houve diferença significativa ($p < 0,05$) entre as amostras.

Tabela 4.5 - ANOVA para os valores de umidade

Fonte da variação	SQ*	gl*	MQ*	F	p-valor	F crítico
Entre grupos	617,5555	3	205,8518	327,4581	1,04.10 ⁻⁸	4,066181
Dentro dos grupos	5,029086	8	0,628636			
Total	622,5846	11				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Silva (2011b) encontrou valores muito altos de solubilidade (98,27 – 96,06%) para encapsulados de pigmentos de resíduos de jabuticaba quando utilizado maltodextrina em diferentes concentrações como material de parede (10 – 30% massa/massa H₂O). Mesmo devido à natureza hidrofóbica do material do núcleo, sendo muito pouco solúvel em água, a adição da maltodextrina aumentou um pouco a solubilidade final do pó. Tonon et al. (2013) observaram alto valor de solubilidade para microcápsulas de açaí com goma arábica como material de parede (94,78 %). Devido à composição com alto teor de carboidratos do açaí, o mesmo tende a ser mais solúvel em água em comparação com a natureza hidrofóbica do óleo essencial de canela que dificulta a solubilidade em água. Costa et al. (2013) observaram baixos valores solubilidade de microcápsulas de óleo essencial de orégano microencapsulados com goma arábica e maltodextrina combinados (35 – 40%). Cano-Chuca et al. (2005) indicam o uso de carboidratos nos processos de microencapsulação, principalmente a goma arábica, quando se deseja microcápsulas com alta capacidade de solubilização em água. Gharsallaoui et al. (2007) citam que devido a proteínas do soro do leite serem globulares, as mesmas se desnaturam em altas temperaturas e atividade de água elevadas. Essa alta desnaturação pode causar uma redução na solubilidade das microcápsulas em água. Com isso, é difícil prever o resultado do processo de secagem por atomização na estabilidade da parede das microcápsulas utilizando proteínas.

4.2.3 Higroscopicidade

A higroscopicidade é a capacidade de absorção de água e uma das propriedades mais importantes dos carboidratos. Pode ser considerada favorável quando mantém a umidade de um alimento numa quantidade desejada, mas é indesejado quando esses produtos estão na forma de grânulos ou pós, podendo causar aglomeração dessas partículas e consequentemente diminuir a sua solubilidade dos pós (ORDÓÑES et al., 2005).

A Tabela 4.6 traz os valores médios dos testes 1 a 4 para higroscopicidade. Analisando os dados, observa-se que houve diferença significativa entre o teste 1, em comparação com os testes I e G/M e o teste I/M. O teste G apresentou o maior valor de higroscopicidade (42,21%), enquanto o teste com 4 apresentou o menor valor (22,92%). Observa-se que comparando a Goma Arábica e o Isolado Proteico (Testes G e I), o primeiro a apresentou maior higroscopicidade que o segundo. Tonon *et al.* (2009) ao estudarem sobre as características físico-químicas e morfológicas de açaí em pó utilizando diferentes tipos de materiais de parede, observaram que os testes com Goma Arábica apresentaram maior higroscopicidade (19,74%) entre todos os materiais utilizados.

Tabela 4.6 - Média do Valores de Higroscopicidade - Testes 1 a 4.

<i>Teste</i>	<i>Higroscopicidade (%)*</i>
G	42,21 ± 0,86 ^a
I	31,12 ± 0,82 ^b
G/M	31,10 ± 0,36 ^b
I/M	22,9 ± 0,30 ^c

*Letras diferentes numa mesma coluna diferem significativamente ($p < 0,05$).

O Teste ANOVA para Higroscopicidade (Tabela 4.7) mostra que houve diferença significativa entre as amostras ($p < 0,05$), ou seja, o tipo do material utilizado como encapsulante afetou significativamente a absorção de água pelos pós.

Tabela 4.7 - Teste ANOVA para Higroscopicidade

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ*</i>	<i>gl**</i>	<i>MQ***</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	5165,264	1	5165,264	194,4664	2,11E-12	4,30095
Dentro dos grupos	584,3468	22	26,56122			
Total	5749,611	23				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

A adição de maltodextrina (Testes G/M e I/M) tenderam para redução da higroscopicidade dos pós, se mostrando um agente retardador de absorção de água. Comportamento parecido foi observado por Silva (2012b) ao estudar encapsulação de resíduos da polpa de jabuticaba utilizando Goma Arábica e Maltodextrina como agentes carreadores. A autora observou diferença significativa entre a os testes, principalmente quanto à higroscopicidade sendo que com o uso da Goma Arábica, a autora encontrou valores entre 48,76 – 65,28%, enquanto para maltodextrina foram encontrados valores entre 15,47 – 58,74%. Este trabalho também corrobora com o trabalho de Tonon *et al.* (2009) no qual observaram que quanto maiores for a quantidade de maltodextrina adicionada, menor será a higroscopicidade dos pós.

Para o teste I/M observa-se menor valor de higroscopicidade em comparação ao teste I, 22,9 e 31,12%, respectivamente. Frascareli (2010) ao encapsular óleo de café através de secagem por atomização obteve maiores valores de higroscopicidade para microcápsulas com goma arábica e maltodextrina (14,33%) em comparação com isolado proteico e maltodextrina (11,28%).

A maltodextrina apresenta este comportamento devido à baixa higroscopicidade do material (TONON *et al.*, 2009) já a goma arábica e suas ramificações com grupos hidrofílicos tendem a absorver mais água (FRASCARELI, 2010).

4.2.4 Densidade aparente e densidade aparente compactada

A densidade é um parâmetro importante, pois avalia o volume que uma determinada massa de um produto ocupa. Materiais de baixa densidade necessitam de espaço maior para armazenamento, o que gera aumento de custo (SANTANA, 2013).

Os valores de densidade aparente e densidade aparente compactada constam na tabela 4.8.

Tabela 4.8 - Média dos Valores de Densidade Aparente e Densidade Aparente Compactada - Testes 1 a 4.

Teste	ρ_{bulk}^{**} (g/mL)*	ρ_{tapped}^{***} (g/mL)*
G	$0,29 \pm 0,01^a$	$0,34 \pm 0,01^a$
I	$0,24 \pm 0,01^b$	$0,29 \pm 0,01^b$
G/M	$0,31 \pm 0,01^a$	$0,36 \pm 0,02^a$
I/M	$0,25 \pm 0,01^b$	$0,29 \pm 0,01^b$

*Letras diferentes numa mesma coluna diferem significativamente ($p < 0,05$). ** Densidade Aparente; *** Densidade Aparente Compactada.

Pelo Teste de Tukey, foi observado diferença significativa ($p < 0,05$) pelo menos entre um dos valores médios de densidade aparente e densidade aparente compactada em comparação

aos outros testes, ou seja, o tipo do material de parede utilizado influencia os valores de densidade aparente e densidade aparente compactada.

O teste ANOVA (Tabela 4.9 e 4.10) para as densidades aparente e aparente compactadas também confirmaram que houve diferença significativa ($p < 0,05$) entre os testes.

Tabela 4.9 - Teste ANOVA para Densidade Aparente

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ*</i>	<i>gl**</i>	<i>MQ***</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
<i>Entre grupos</i>	29,6308	1	29,63080342	43,42653	1,26E-06	4,30095
<i>Dentro dos grupos</i>	15,01105	22	0,682320277			
<i>Total</i>	44,64185	23				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Tabela 4.10 - Teste ANOVA para Densidade Aparente Compactada.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ*</i>	<i>gl**</i>	<i>MQ***</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
<i>Entre grupos</i>	28,38528	1	28,38527648	41,59208	1,73E-06	4,30095
<i>Dentro dos grupos</i>	15,0143	22	0,682468336			
<i>Total</i>	43,39958	23				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Aghbashlo *et al.* (2012) ao estudarem a influência de diferentes materiais de parede na microencapsulação de óleo de peixe encontraram valores de densidade próximos deste trabalho (0,27 – 0,30 g/mL).

Os resultados de densidade aparente para misturas de Isolado Proteico e Maltodextrina obtidos por Bae e Lee (2008) na microencapsulação de óleo de abacate corroboram com este trabalho (0,27 g/mL).

Frascarelli (2010) observou valores de densidade entre 0,238 e 0,269 g/mL ao estudar a microencapsulação de óleo de café utilizando combinações de isolado proteico e maltodextrina.

Trabalho de Kim & Mor (1996) relata valores de densidade que corroboram com este trabalho (0,21 – 0,46 g/mL) para microencapsulação de óleo de laranja utilizando goma arábica e isolado proteico como material de parede.

4.2.4.2 Índice Carr e Razão de Hausner

A Tabela 4.11 traz os valores do Índice de Carr (CI) e a Razão de Hausner (RH) para compressibilidade e fluidez, respectivamente. Para compressibilidade, foram encontrados valores de CI que classificam as amostras como muito boa (Testes G/M e I/M) e boa (Testes G e I). Para fluidez, foram encontrados valores de RH classificados (Tabela 3.4) como baixo para todos os testes.

Pelo teste de Tukey não houve diferença significativa entre as médias, ou seja, para qualquer combinação de material, tanto a compressibilidade quanto a fluidez não variam significativamente.

Tabela 4.11 - Valores do Índice de Carr (CI) e Razão de Hausner (RH) para os testes 1 a 4.

<i>Testes</i>	<i>CI*</i>	<i>RH*</i>
<i>G</i>	$15,52 \pm 1,20^a$	$1,18 \pm 0,01^a$
<i>I</i>	$16,29 \pm 2,60^a$	$1,19 \pm 0,04^a$
<i>G/M</i>	$13,06 \pm 0,47^a$	$1,15 \pm 0,01^a$
<i>I/M</i>	$13,23 \pm 1,49^a$	$1,15 \pm 0,02^a$

**Letras diferentes numa mesma coluna diferem significativamente ($p < 0,05$)*

Bhusari et al. (2014) encontraram valores de CI para goma arábica (25 – 35%) e isolado proteico (20 – 25%) na secagem por atomização de polpa de tamarindo. Os autores relataram que emulsões com alta viscosidade tendem a formar partículas maiores e consequentemente pós menos compactos, o que explica os valores baixos viscosidade deste trabalho, resultando em valores baixos de CI.

Fernandes et al. (2013) também não encontraram diferença significativa nos valores de CI e RH para microencapsulados de óleo essencial de alecrim no uso de diferentes materiais de parede, ocorrendo somente diferença significativa quando a secagem era realizada em temperaturas diferentes.

Partículas menores apresentam maiores superfícies de contato, aumentando a interação entre partículas e forças de atrito entre elas, causando resistência ao fluxo. Partículas com material hidrofóbico em sua superfície tendem a ter mais interações entre partículas também dificultando a fluidez (FERNANDES et al., 2013, FITZPATRICK et al., 2004).

Portanto, os pós apresentam características de boa a muito boa compressibilidade e baixa fluidez.

4.2.5 Molhabilidade

A molhabilidade é um fator muito importante para o estudo de microencapsulados pois é este parâmetro que indica o tempo de reconstituição dessa microcápsula em água. A Tabela 4.12 traz os dados de molhabilidade para os diferentes tipos e combinações de materiais de parede utilizados para a microencapsulação de óleo essencial de canela.

Tabela 4.12 – Valores de molhabilidade para os testes 1 a 4.

Teste	Molhabilidade (min)
G	$8,75 \pm 0,31^a$
I	$17,99 \pm 0,47^b$
G/M	$5,41 \pm 0,56^c$
I/M	$9,77 \pm 0,68^a$

*Letras diferentes numa mesma coluna diferem significativamente ($p < 0,05$)

Observa-se pelo Teste de Tukey, que houve diferença significativa ($p < 0,05$) entre os testes, ou seja, o tipo do material de parede utilizado e suas combinações influenciam no tempo de molhabilidade do material microencapsulado. A Tabela 4.13 que traz o Teste ANOVA para Molhabilidade também confirma a diferença significativa entre os testes através do valor-P ($p < 0,05$).

Tabela 4.13 – Tabela ANOVA para Molhabilidade

Fonte da variação	SQ*	GL**	MQ***	F	valor-P	F crítico
Entre grupos	378,73815	1	378,73815	31,88328001	1,11851E-05	4,300949502
Dentro dos grupos	261,3357	22	11,87889545			
Total	640,07385	23				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gL - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Fernandes *et al* (2014a) também encontraram os mesmos resultados de molhabilidade para microencapsulados de óleo essencial de alecrim utilizando Goma Arábica como material de parede. Também, em outro trabalho dos autores (2014b), utilizando Isolado Proteico como material de parede, verificaram que com a redução da quantidade utilizada, misturando-se outros tipos de materiais de parede, houve uma redução do tempo de molhabilidade final das partículas.

Frascareli (2010) ao estudar a microencapsulação de óleo de café observou uma tendência na redução na redução dos valores de molhabilidade das microcápsulas quando adicionados

maltodextrina em amostras com goma arábica (13,92 para 8,26 min) e isolado proteico (25,44 para 22,22 min).

Bae & Lee (2008) também observaram uma redução significativa para testes com isolado proteico puro e isolado proteico com maltodextrina (18,05 para 9,06 min) para microencapsulação de óleo de abacate.

Processos de microencapsulação utilizando secagem por atomização com temperaturas de entrada de ar muito elevadas podem causar a formação de uma camada rígida, dificultando a difusão de água pelo material de parede, reduzindo assim a molhabilidade (CHEGINI & GHOBADIAN, 2007). Em comparação com o padrão mais aceitável para molhabilidade, citado por Bhadari *et al.* (2008), de no máximo 1 min para molhabilidade de produtos alimentícios em pó, pode se concluir que a partir dos resultados observados, a temperatura utilizada no processo foi responsável pelos altos valores de molhabilidade.

Outro motivo que explica os altos valores de molhabilidade das amostras deste trabalho é o fato do tamanho das partículas serem muito pequenos, o que reduz a formação de interstícios na sua estrutura, acarretando um tempo muito grande de molhabilidade (VISSOTO *et al.*, 2006).

Bae & Lee (2008) citaram que uma possibilidade de tempos elevados para molhabilidade pode estar relacionado com o material hidrofóbico na superfície das partículas o que dificultaria penetração da água na partícula. Os autores também citam que a redução do tempo de molhabilidade para os testes com maltodextrina em relação as amostras com goma arábica e isolado proteico puro, reduz o tempo de molhabilidade devido as características hidrofílicas da maltodextrina.

4.2.6 Óleo Superficial e Eficiência de Encapsulação

Os valores médios para o Teor de Óleo Superficial (%) para todos os testes de microencapsulamento de óleo essencial de canela constam na Tabela 4.14.

Tabela 4.14 - Valores médios para Teor de Óleo Superficial (%): Testes 1 a 4.

<i>Teste</i>	<i>Óleo Superficial (%)</i>
<i>G</i>	$12,12 \pm 0,63^a$
<i>I</i>	$21,71 \pm 0,99^c$
<i>G/M</i>	$10,53 \pm 1,65^{a,b}$
<i>I/M</i>	$7,77 \pm 0,45^b$

Pelo Teste de Tukey, observa-se que houve diferença significativa entre as amostras, ou seja, o tipo e a combinação de diferentes materiais de parede afetam o teor superficial de óleo nas partículas. Nota-se que para os testes G e G/M, não houve diferença significativa, ou seja, a adição de maltodextrina como material de parede não afetou o teor superficial de óleo em testes em relação a testes somente com goma arábica. Também, observa-se que para os testes com isolado proteico, a adição de maltodextrina afeta significativamente o teor de óleo superficial, apresentando uma redução de mais de 64% em comparação com o teste com Isolado Proteico puro (I). Outra observação importante é que independente do material de parede utilizado, a adição de maltodextrina (Testes G/M e I/M) não afeta o teor de óleo superficial das partículas, ou seja, a adição de maltodextrina não altera significativamente a quantidade de óleo na superfície dos microencapsulados.

A Tabela 4.15 mostra o Teste ANOVA para o Teor Superficial de Óleo, corroborando com o Teste de Tukey, no qual houve diferença significativa entre os testes ($p < 0,05$)

Tabela 4.15 - Teste ANOVA para Teor Superficial de Óleo

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
<i>Entre grupos</i>	666,2028313	1	666,2028313	40,89707089	1,95749E-06	4,30095
<i>Dentro dos grupos</i>	358,3743767	22	16,28974439			
<i>Total</i>	1024,577208	23				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Em estudo sobre microencapsulação de óleo de café, Frascareli (2010) encontraram valores de teor de óleo superficial (%) entre 2,10 – 3,19 % utilizando goma arábica/maltodextrina e entre 0,88 e 1,62% utilizando isolado proteico/maltodextrina como material de parede. Carmona (2011) encontraram valores de teor de óleo superficial (%) entre 3,46 – 7,32 % utilizando goma arábica/maltodextrina e entre 5,22 e 10,2% utilizando isolado proteico/maltodextrina como material de parede

Bae e Lee (2008) ao microencapsularem óleo de abacate utilizando maltodextrina e isolado proteico observaram a mesma tendência de redução do teor de óleo na superfície da partícula com a adição de maltodextrina.

A Tabela 4.16 mostra os valores médios para a Eficiência de Encapsulação (%). Pelo Teste de Tukey, pode-se observar que houve diferença significativa entre os testes, ou seja, os diferentes tipos de materiais de parede e suas combinações alteram significativamente a eficiência de encapsulação para a microencapsulação de óleo essencial de canela.

Tabela 4.16 - Valores médios para Eficiência de Encapsulação (%): Testes 1 a 4.

<i>Teste</i>	<i>Eficiência de Encapsulação (%)</i>
G	24,24 ± 3,97 ^a
I	55,68 ± 2,03 ^b
G/M	84,08 ± 2,36 ^c
I/M	74,07 ± 1,52 ^d

A Tabela 4.17 mostra o teste ANOVA para a Eficiência de Encapsulação, corroborando com o teste de Tukey no qual houve diferença significativa entre os testes ($p < 0,05$).

Tabela 4.17 - Teste ANOVA para Eficiência de Encapsulação.

<i>Fonte da variação</i>	<i>SQ</i>	<i>gl</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>valor-P</i>	<i>F crítico</i>
Entre grupos	19657,65312	1	19657,65312	67,03989176	4,00752E-08	4,30095
Dentro dos grupos	6450,910901	22	293,2232228			
Total	26108,56402	23				

*SQ - Soma dos Quadrados, **gl - Grau de Liberdade, ***MQ - Média dos Quadrados.

Para os testes com adição de maltodextrina, Carneiro (2011) ao microencapsular óleo de linhaça também observou o mesmo comportamento no qual o teste para goma arábica/maltodextrina apresentaram valores próximos de 80% e para o teste de isolado proteico/maltodextrina apresentaram valores próximos a 70%.

Dias (2009) ao microencapsular óleo de peixe em diferentes materiais de parede observaram altos valores de eficiência de encapsulação para misturas de goma arábica e maltodextrina, corroborando com este trabalho.

Fernandes *et al.* (2014) observaram uma tendência na redução da eficiência de encapsulação que um aumento na quantidade de isolado proteico na microencapsulação de óleo essencial de alecrim.

Ao estudar a microencapsulação de óleo de laranja, Carmona (2011) observou valores de eficiência de encapsulação para goma arábica/maltodextrina entre 78,01 – 83,07% e para isolado proteico entre 77,33 e 85,14%.

Jafari *et al.* (2008) citam que a eficiência de encapsulação é um dos parâmetros mais importantes nos processos de microencapsulação, pois é a partir deste parâmetro é que conhecemos a quantidade de material ficou retido no núcleo e o quanto foi perdido no processo. Os mesmos autores citam que um fator importante a ser considerado é a produção de emulsões mais fina, com partículas menores, reduzindo principalmente a quantidade de óleo superficial. Isso pode ser observado, relacionando a baixa eficiência de encapsulação

das amostras com goma arábica pura e os altos valores de tamanho de partícula para este teste.

Pode-se observar que houve diferença na somatória das porcentagens relativas ao teor superficial e o óleo encapsulado. Esse fato pode estar relacionado com perdas relativas ao processo.

4.2.7 Análises Microscópica

A Figura 4.3 traz as imagens microscópicas (MEV) das partículas de microencapsulado de óleo essencial de canela para todos os testes. Observa-se que o teste com Goma Arábica (G) apresentou partículas de formas esféricas e o teste com Isolado Proteico, partículas mais rugosas. A adição de maltodextrina acarretou uma redução da rugosidade para com Isolado Proteico (I/M) mas aumentou a rugosidade das partículas com Goma Arábica (G/M).

A Figura 4.4 mostra uma visualização panorâmica das partículas de encapsulados de óleo essencial de canela para todos os testes. Observa-se que nos testes que continham Goma Arábica (Testes G e G/M) em sua composição, apresentam partículas mais dispersas, menos aglomeradas. Já os testes com Isolado Proteico (Testes I e I/M) mostra uma maior aglomeração destas partículas.

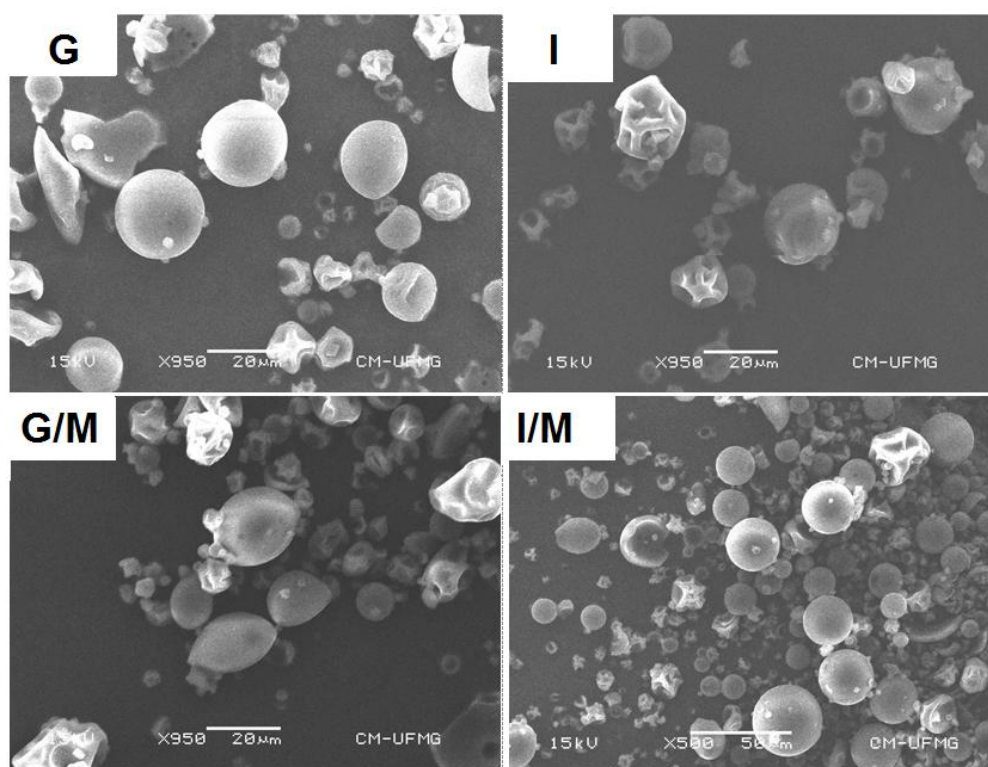


Figura 4.3 - Morfologia para partículas: Testes G, I, G/M e I/M.

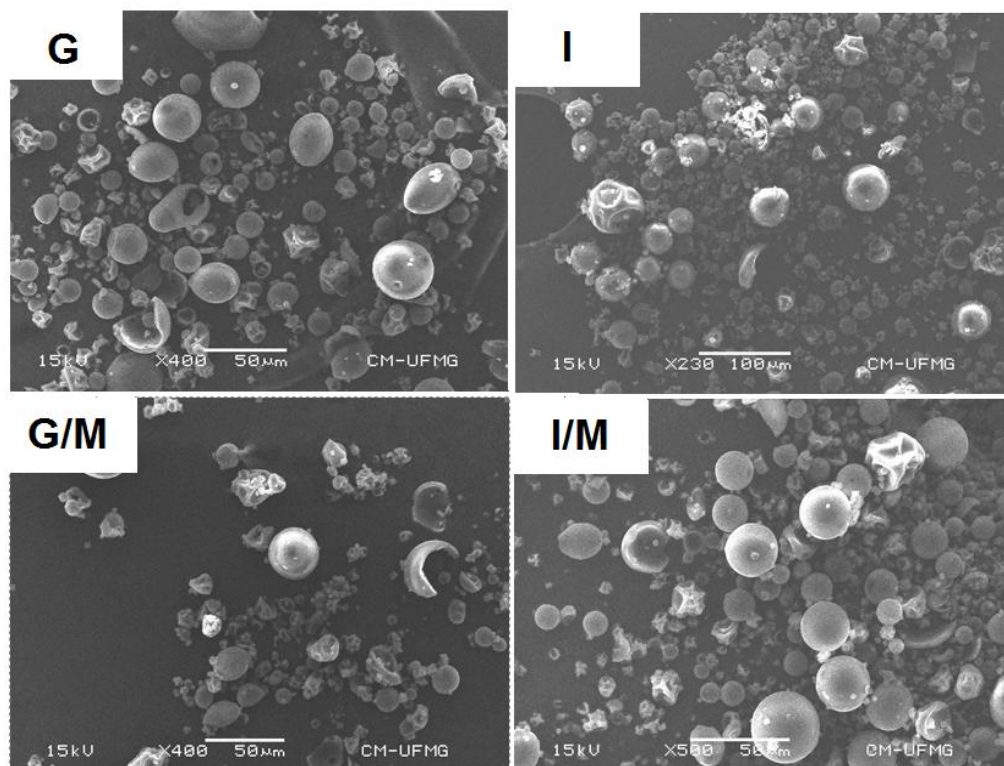


Figura 4.4 - Visualização Panorâmica das partículas: Testes G, I, G/M e I/M.

Dias (2009) ao estudar a microencapsulação de óleo de peixe utilizando maltodextrina e goma arábica também observaram formato mais arredondado das partículas, com poucas rachaduras e poucos poros.

Carmona (2011) ao microencapsular óleo de laranja utilizando goma arábica, isolado proteico e maltodextrina observou que a adição de maltodextrina reduzia as rugosidades na superfície das partículas, tornando-as mais lisas.

Rodea-González *et al.* (2012) também observaram maior dispersão e partículas mais esféricas em microcápsulas com Goma Arábica e maior aglomeração e partículas mais irregulares e porosas para testes com isolado proteico, ao microencapsularem óleo essencial de sálvia.

Cislaghi (2012) ao microencapsular *Bifidobacterium* BB-12 observou a mesma tendência de aglomeração e formato irregular das partículas com proteínas do leite em comparação com goma arábica.

A Figura 4.5 traz a visualização microscópica das micropartículas de óleo essencial de canela através de um MET para os 4 testes. As imagens mostram a seção transversal das partículas com a finalidade de se observar a distribuição do óleo essencial de canela dentro da matriz polimérica.

O Teste G mostra uma concentração maior do óleo essencial (coloração preta) no centro da partícula, enquanto os outros testes apresentam uma maior dispersão do óleo essencial em todo o material de parede (coloração cinza). Estas imagens confirmam as visualizações do MEV com formato mais esférico para o teste G, formato mais irregular para os outros testes. As imagens corroboram com os dados de eficiência de encapsulação, no qual a menor quantidade de óleo retida no material de parede foi para o teste com Goma Arábica e o maior valor de eficiência foi para o teste com Goma Arábica e Maltodextrina.

Kim e Morr (1996) ao estudarem a encapsulação de óleo essencial de laranja em diferentes materiais de parede, observaram uma tendência de concentração do óleo no centro da partícula em experimentos com goma arábica e uma maior dispersão ao longo do material de parede para experimentos com isolado proteico.

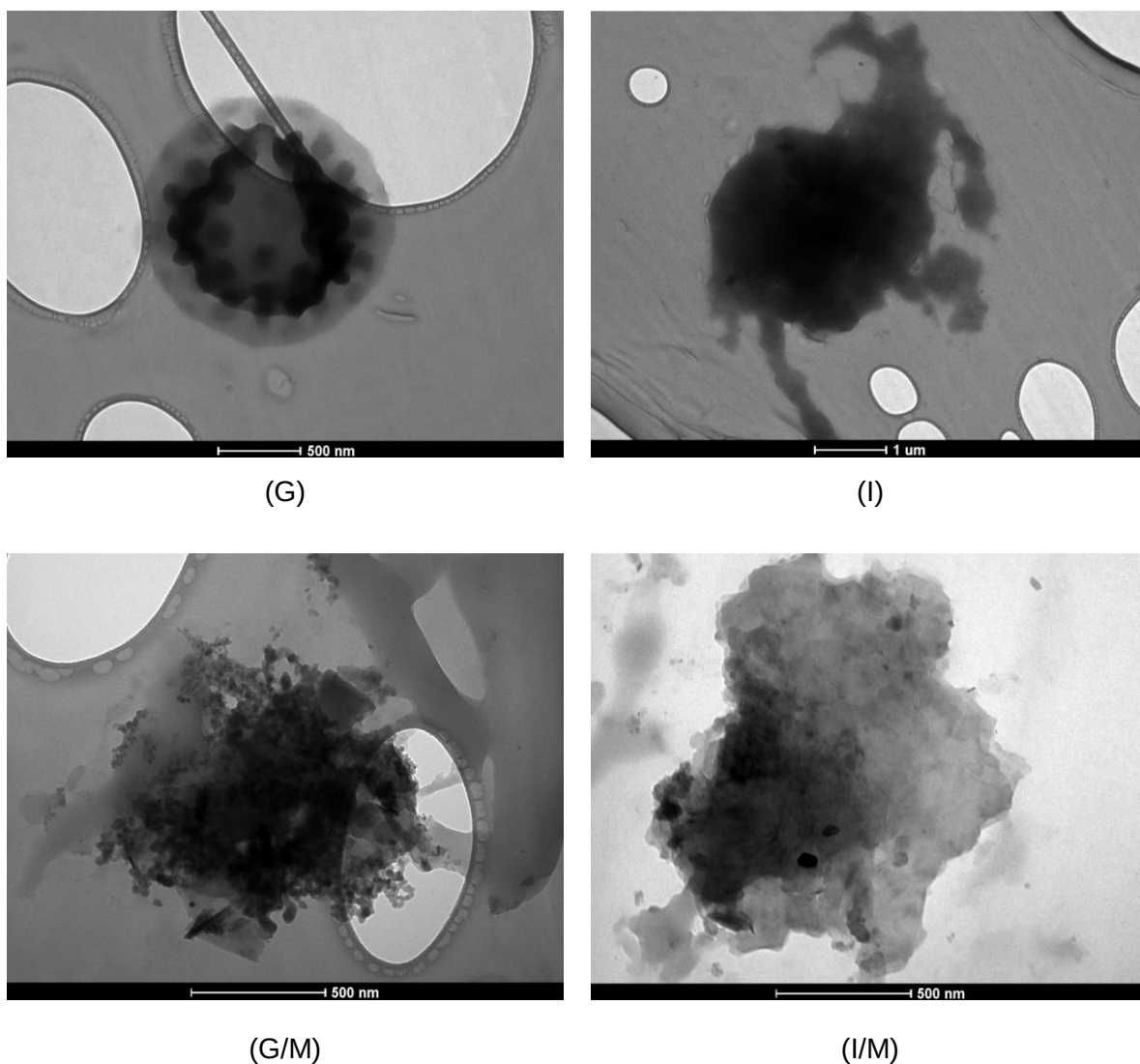


Figura 4.5 - Visualização Microscópica através do MET: Testes G, I, G/M e I/M.

4.2.8 Tamanho de partículas

A Figura 4.6 traz os gráficos tamanho de partículas (μm) x frequência acumulada (%) para os 4 testes.

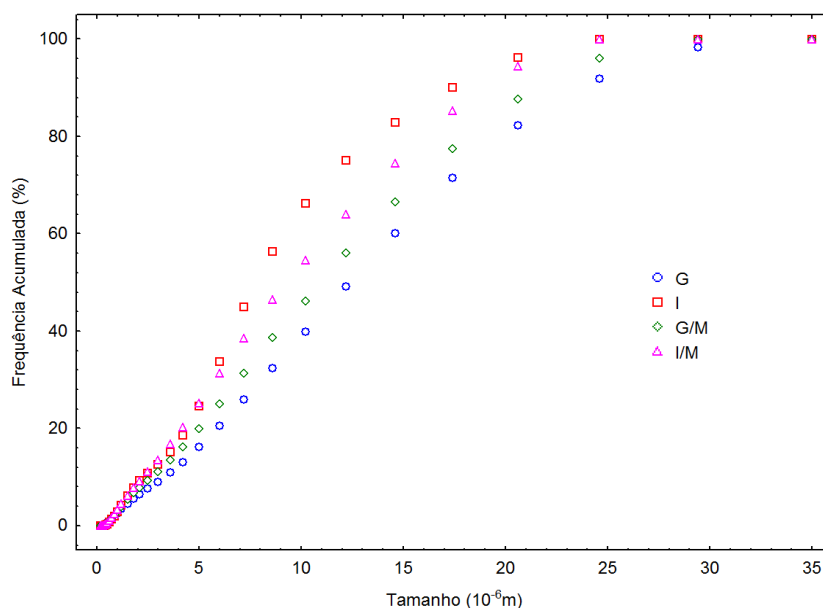


Figura 4.6 - Distribuição do tamanho de partículas: teste G, I, G/M e I/M.

A tabela 4.18 mostra os valores médios do tamanho de partículas para todos os testes. Observa-se que os testes com isolado proteico (I e I/M) apresentaram menores tamanhos de partículas quando comparados aos testes com goma arábica (G e G/M). A adição de maltodextrina não seguiu uma tendência para redução ou aumento do tamanho das partículas, ou seja, a adição acarretou a redução em testes com Goma Arábica (14,82 para 13,59 μm) e aumento em testes com Isolado Proteico (10,61 para 12,22 μm).

Tabela 4.18 - Tamanho médio das partículas: Testes 1 a 4.

Teste	Tamanho Médio μm
G	14,82
I	10,61
G/M	13,59
I/M	12,22

Carneiro (2011) encontraram valores médios de tamanho de partícula de 25,67 μm e 20,80 μm para testes com goma arábica/maltodextrina e isolado proteico/maltodextrina, respectivamente, para amostras de microencapsulados de óleo de linhaça. Comportamento igual foi observado por Tonon (2009) para produção de açaí em pó por secagem por atomização (17,95 μm , para G; e 10,58 μm , para I).

Aghbashlo *et al.* (2012) encontraram valores médios de tamanho de partículas próximos (1,48 μm) quando utilizaram isolado proteico para produção de micropartículas de óleo de peixe pelo processo de atomização.

Para amostras de microencapsulados de óleo de abacate, Bae e Lee (2008), obtiveram valores de diâmetro variando de 1 a 10 μm para combinações de isolado proteico e maltodextrina.

A Tabela 4.14 traz os valores de D10, D50 e D90, ou seja, o tamanho médio de 10, 50 e 90% partículas analisadas. Analisando os valores, é possível perceber que para os testes I e I/M que apresentavam isolado proteico como material de parede, apresentaram os menores valores de partículas, sendo o teste I o de menor valor. Também, nota-se uma tendência de partículas menores nos testes que continham maltodextrina (testes G/M e I/M) comparados com os testes que somente apresentavam ou goma arábica (G) ou isolado proteico (I).

Tabela 4.19 - Valores de d10, d50, d90 e Span para a distribuição do tamanho de partículas

Teste	d10(μm)	d50 (μm)	d90 (μm)	Span (μm)
G	3,32	12,37	23,81	1,65
I	2,31	7,81	17,38	1,92
G/M	2,70	10,92	21,72	1,74
I/M	2,28	9,31	19,07	1,80

Para os valores de spam, Costa (2013) e Botrel *et al.* (2012) encontraram 2,06 – 2,83 e 1,79 – 2,59, respectivamente, que comprova que este trabalho teve valores médios menores.

Fernandes *et al.* (2014b) ao microencapsular óleo essencial de alecrim, observaram valores de span entre 2,9 – 3,1 para amostras com isolado proteico como material de parede.

Tonon et al. (2011) observaram valores de span entre 2,16 – 2,65 para microencapsulação de óleo de linhaça utilizando goma arábica como material de parede.

Comparando-se os valores de tamanho de partículas com a eficiência de encapsulação, pode-se constatar que a adição de maltodextrina tendeu a redução do tamanho médio das partículas, em comparação com os testes com goma arábica e isolado proteico puro. Consequentemente, essa adição melhorou a retenção de óleo dentro da partícula, reduziu o teor de óleo superficial, aumentando a eficiência do processo.

4.2.9 Análises Cromatográficas

As análises cromatográficas foram realizadas com objetivo de avaliar se houve perda dos constituintes voláteis do óleo essencial de canela após o processo de microencapsulação. Esta análise foi realizada somente para comparação qualitativa, comparando-se o perfil cromatográfico do óleo bruto com os demais testes. A composição do óleo essencial de canela está descrita na Tabela 4.19. Analisando a tabela, pode-se verificar que o cinemaldeído é a substância mais abundante no óleo essencial de canela (73,6%), seguido de β -cariofileno (3,5%) e ácido cinâmico (2,9%). Andrade *et al.* (2012) encontraram valores próximos de cinemaldeído (77,72%) na composição de óleo essencial de canela *Cinnamomum zeylacium*, seguido de acetato de (E)-cinamila (5,99%) e 1,8-cineol (4,66%). A diferença entre os valores do segundo e terceiro compostos mais abundantes podem ser explicados pelas diferentes espécies analisadas, já que o óleo essencial utilizado neste trabalho foi extraído da espécie *Cinnamomum lauraceae*.

Tabela 4.20 - Constituição química do óleo essencial de canela.

Constituinte	%
<i>α-pineno</i>	0,8
<i>benzaldeído</i>	1,0
<i>clorociclohexanol</i>	2,7
<i>metoxibenzaldeído</i>	1,1
<i>cinamaldeído</i>	73,6
<i>cinamol</i>	2,1
<i>β-cariofileno</i>	3,5
<i>acetato de cinamila</i>	2,4
<i>metoxi cinemaldeído</i>	3,3
<i>ácido cinâmico</i>	2,9

Acerca do perfil cromatográfico do óleo essencial de canela bruto (Figura 4.14) em comparação com os 4 testes, pode-se observar que houve uma perda significativa do teor final de compostos voláteis, principalmente o cinamaldeído.

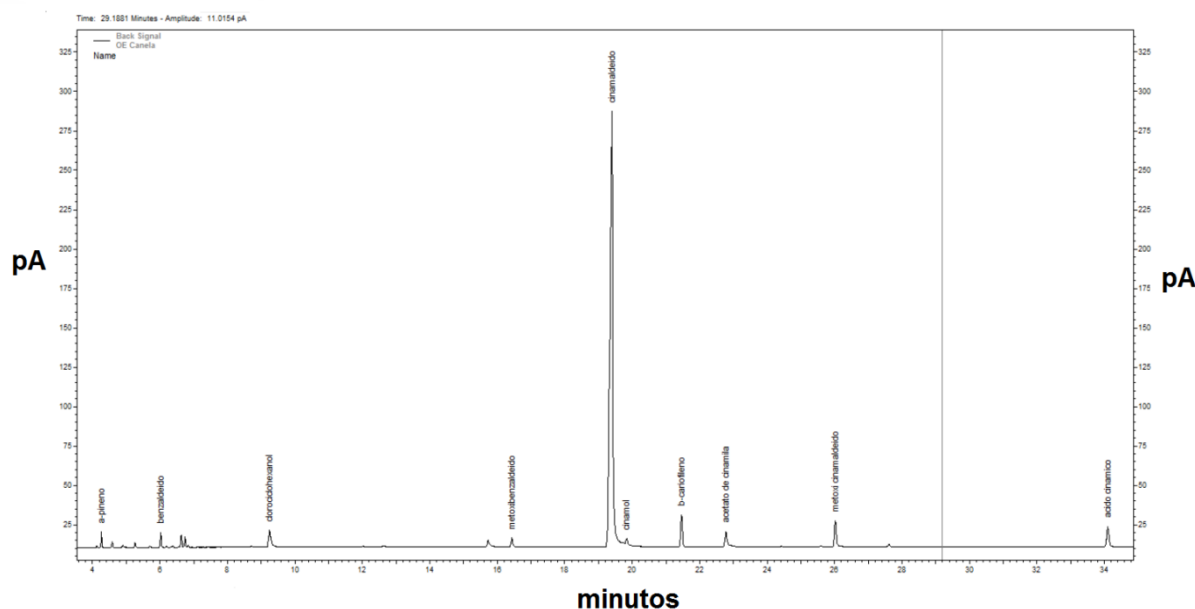


Figura 4.7 - Perfil cromatográfico do óleo essencial de canela bruto.

O teste G (Tabela 4.20) apresentou a maior perda de concentração de cinamaldeído em comparação com a concentração do óleo essencial de canela bruto. Enquanto o óleo bruto apresentou concentração de cinamaldeído de valores próximos de 62,30 µg/ml, para o teste 1 esse valor foi reduzido a aproximadamente 8,59 µg/ml. Os testes 2, 3 e 4 também apresentaram reduções na concentração final, com valores finais aproximados de 21,91; 31,15; e 15,03 µg/ml, respectivamente. Dentre testes avaliados, o melhor material de parede quando relacionado a proteção do material nuclear é a do teste G/M (50% Goma Arábica/50% Maltodextrina) com uma perda aproximada de 17% dos teores de cinamaldeído; e o de maior perda para o teste G, com 100% de Goma Arábica em sua composição e perda de aproximadamente 78%.

Tabela 4.21 - Concentração de cinamaldeído nas amostras de óleo essencial de canela puro e microencapsulado para os 4 testes.

Teste	Concentração de Cinamaldeído (µg/ml)
Óleo Puro	62,30
G	8,59
I	21,91
G/M	31,15

Ascheri et al. (2003) ao estudarem os efeitos de diferentes combinações de material de parede na microencapsulação de óleo essencial de laranja obtiveram resultados que corroboram com este trabalho. Os testes com maiores concentrações de goma arábica obtiveram os piores resultados quanto a concentração final dos compostos voláteis do óleo essencial de laranja, com perda de mais de 80% da concentração inicial.

Rutz (2013) ao encapsular suco de pitanga roxa verificou que a goma arábica também apresentou a maior perda de compostos voláteis (32%) em comparação com outros materiais de parede utilizados.

Charve & Reineccius (2009), comparando materiais de parede tradicionais como goma arábica, verificaram que para microencapsulação de aromas, o uso de isolado proteico favoreceu na proteção contra oxidação.

4.2.10 Análises Térmicas

As análises térmicas foram realizadas de caráter exploratório e se encontram no ANEXO deste trabalho.

A Tabela 4.22 mostra um resumo e conclusões das propriedades físico-químicas para microcápsulas de óleo essencial de canela.

Tabela 4.22 - Resumo e conclusões das propriedades físico-químicas avaliadas para microencapsulação de óleo essencial de canela.

Propriedade	Teste	Resultado	Resumo de Observações	Conclusões
Viscosidade (Pa.s)	G	0,208	A adição de maltodextrina reduziu o valor de viscosidade dos testes.	Partículas pouco viscosas, formam gotas menores, que favorecem a eficiência de encapsulação do processo.
	I	0,235		
	G/M	0,108		
	I/M	0,069		
Umidade (%)	G	3,56 ± 0,47 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. Todas umidades tiveram valores abaixo de 5%. Pelas características hidrofílicas, testes com goma arábica apresentaram maiores valores quando comparados com teste com isolado proteico.	Apesar da diferença significativa entre, todos os testes apresentaram valores satisfatórios de umidade, podendo garantir uma conservação maior do óleo essencial de canela contra degradação.
	I	1,77 ± 0,24 ^b		
	G/M	4,34 ± 0,27 ^a		
	I/M	1,85 ± 0,48 ^b		
Solubilidade em água (%)	G	49,57 ± 0,91 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. Observa-se que a adição de maltodextrina reduziu a solubilidade das microcápsulas. Testes com isolado proteico apresentaram menores valores de solubilidade quando comparados com testes.	A natureza hidrofóbica do material encapsulado (lipídios) acarreta baixos valores de solubilidade em água.
	I	48,87 ± 0,83 ^a		
	G/M	37,38 ± 0,25 ^b		
	I/M	33,04 ± 0,27 ^c		
Higroscopicidade (%)	G	42,21 ± 0,86 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. Adição de maltodextrina reduziu a higroscopicidade das microcápsulas. Testes com goma arábica apresentam maiores valores de higroscopicidade que testes com isolado proteico.	A natureza hidrofílica do material de parede resulta no aumento de absorção de água pelas micropartículas.
	I	31,12 ± 0,82 ^b		
	G/M	31,10 ± 0,36 ^b		
	I/M	22,9 ± 0,30 ^c		
Molhabilidade (min)	G	8,75 ± 0,31 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. Adição de maltodextrina reduziu o tempo de molhabilidade das microcápsulas. Testes com goma arábica apresentam menores valores de higroscopicidade que testes com isolado proteico.	A natureza hidrofílica do material de parede resulta no aumento de absorção de água pelas micropartículas, reduzindo o tempo de molhabilidade.
	I	17,99 ± 0,47 ^b		
	G/M	5,41 ± 0,56 ^c		
	I/M	9,77 ± 0,68 ^a		
Densidade Aparente (g.mL ⁻¹)	G	0,29 ± 0,01 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. A adição de maltodextrina não interferiu significativamente nos valores de densidade aparente. Testes com Goma Arábica apresentam maiores valores de densidade que testes com isolado proteico.	Menos valores de densidade são causados por tamanho de partículas maiores. Partículas grandes favorecem maiores espaços entre partículas e consequentemente maior quantidade de ar, diminuindo a densidade aparente.
	I	0,24 ± 0,01 ^b		
	G/M	0,31 ± 0,01 ^a		
	I/M	0,25 ± 0,01 ^b		
Densidade Aparente Compactada (g.mL ⁻¹)	G	0,34 ± 0,01 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. A adição de maltodextrina não interferiu significativamente nos valores de densidade aparente. Testes com Goma Arábica apresentam maiores valores de densidade que testes com isolado proteico.	Menos valores de densidade são causados por tamanho de partículas maiores. Partículas grandes favorecem maiores espaços entre partículas e consequentemente maior quantidade de ar, diminuindo a densidade aparente compactada.
	I	0,29 ± 0,01 ^b		
	G/M	0,36 ± 0,02 ^a		
	I/M	0,29 ± 0,01 ^b		
Teor de Óleo Superficial (%)	G	12,12 ± 0,63 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. A adição de maltodextrina não interferiu significativamente nos valores de eficiência de encapsulação para testes com goma arábica mas interferiu significativamente em testes com isolado proteico. Testes com goma arábica apresentam maiores valores de densidade que testes com isolado proteico.	Altos teores de óleo superficial demonstram ineficiência do processo, podendo também interferindo nas propriedades de reconstituição. (Solubilidade e Molhabilidade).
	I	21,71 ± 0,99 ^c		
	G/M	10,53 ± 1,65 ^{a,b}		
	I/M	7,77 ± 0,45 ^b		
Eficiência de Encapsulação (%)	G	24,24 ± 3,97 ^a	Houve diferença significativa (p< 0,05) pelo menos entre uma das amostras analisadas. A adição de maltodextrina interferiu significativamente nos valores de eficiência de encapsulação para testes com goma e isolado proteico, aumentando a eficiência de encapsulação.	Baixos valores de eficiência encapsulação podem ser indicativos de ineficiência do processo e parâmetros de processo não ajustados para o tipo de material de parede utilizado.
	I	55,68 ± 2,03 ^b		
	G/M	84,08 ± 2,36 ^c		
	I/M	74,07 ± 1,52 ^d		
Tamanho de Partícula (Média (µm) / Span)	G	14,82 / 1,65	Testes com goma arábica apresentam maiores valores de tamanho de partículas que testes com isolado proteico. Maiores valores de span estão relacionados com a heterogeneidade do tamanho das partículas.	Partículas maiores são mais susceptíveis a danos por fatores extrínsecos como pressão. Heterogeneidade do tamanho das partículas é indicativo de má qualidade no processo.
	I	10,61 / 1,92		
	G/M	13,59 / 1,74		
	I/M	12,22 / 1,80		
Microscopia MEV	G	Cápsulas esféricas e lisas/não aglomeradas	A adição de maltodextrina favorece a formação de microcápsulas mais esféricas e lisas. Testes com isolado proteico apresentaram partículas mais aglomeradas que testes com goma arábica.	Partículas mais esféricas e lisas são mais favoráveis a proteção contra fatores extrínsecos como luz, calor, pressão, oxigênio e umidade. Partículas rugosas são mais susceptíveis a danos ao material nuclear. Partículas não aglomeradas facilitam nas propriedades de reconstituição (solubilidade e molhabilidade).
	I	Cápsulas esféricas e rugosas/aglomeradas		
	G/M	Cápsulas esféricas e lisas/não aglomeradas		
	I/M	Cápsulas esféricas e lisas/aglomeradas		
Microscopia MET	G	Multi-nuclear	A adição de maltodextrina em testes com goma arábica fez com que o material nuclear ficasse disperso no material de parede. Para os testes com isolado proteico a maltodextrina não interferiu na morfologia interna das partículas.	Microcápsulas com morfologia interna Multi-nuclear (G) apresentam excelente proteção contra oxigênio e água. Microcápsulas com morfologia interna Matriz Insolúvel (I, G/M e I/M) apresentam proteção razoável contra água, oxigênio e luz.
	I	Matriz Insolúvel		
	G/M	Matriz Insolúvel		
	I/M	Matriz Insolúvel		
Concentração de Cinamaldeído (µg/mL)	G	62,30	Para testes com goma arábica, a adição de maltodextrina favoreceu a integridade do óleo essencial de canela. Já para testes com isolado proteico, a adição de maltodextrina reduziu a proteção do material nuclear.	Combinação de goma arábica e maltodextrina se mostrou uma boa alternativa na proteção de compostos voláteis como cinamaldeído.
	I	8,59		
	G/M	21,91		
	I/M	31,15		
Análises Térmicas	G	-	Testes com isolado proteico apresentaram melhor estabilidade térmica quando comparados a testes com goma arábica. A adição de maltodextrina não interferiu na estabilidade térmica.	A rápida desnaturação proteica no processo de secagem pode ter sido um fator que influencia a estabilidade térmica das partículas, já que na desnaturação, uma crosta é formada protegendo o material nuclear.
	I	-		
	G/M	-		
	I/M	-		

5 CONCLUSÕES

As características físico-químicas das partículas foram corroborativas com a extensa literatura existente, não acontecendo valores diferentes dos demais estudos.

As umidades finais das partículas em todos os testes apresentaram valores abaixo de 5%, sendo valores considerados bons para prolongar o tempo de vida de prateleira das microcápsulas, retardando degradações causados por microrganismo e reações de oxidação.

A higroscopicidade dos testes com goma arábica foram muito altas (31,10 e 42,21%) o que podem acarretar uma maior degradação do óleo ao longo do armazenamento, se as condições ambientais dessa estocagem não forem muito bem controlada.

O mais importante em processos de microencapsulação é a eficiência da encapsulação, ou seja, é a quantidade de material retido pelo material de parede. Neste quesito, os testes com Goma Arábica e Maltodextrina apresentaram melhores resultados, com uma eficiência de encapsulação média de 84,5%. Microcápsulas com alto teor de óleo superficial podem prejudicar as propriedades de reconstituição (molhabilidade e solubilidade) das partículas, principalmente pelo caráter hidrofóbico das partículas, que dificulta a penetração de água dentro das partículas.

Partículas menores, mais lisas e menos aglomeradas apresentam melhores propriedades de reconstituição (molhabilidade e solubilidade) sendo uma das principais características exigidas pela indústria e pelo mercado consumidor.

Com relação a estabilidade térmica das micropartículas, os testes com isolado proteico ofereceram melhor proteção contra a degradação pelo calor. Provavelmente, a rápida desnaturação proteica favoreceu a formação de uma crosta rígida, protegendo o óleo essencial de canela. Outro fator também que pode ser considerado que, apesar dos testes com isolado proteico apresentarem menores tamanhos médios de partículas, a heterogeneidade dos tamanhos de partículas destes testes pode ter favorecido a estabilidade térmica, aumentando a temperatura de degradação, quando comparado com testes com goma arábica.

Em resumo, os diferentes materiais de parede utilizados (Goma Arábica e Isolado Proteico) e suas combinações com maltodextrina se mostraram propícios para microencapsulação de óleo essencial de canela.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Estudar a microencapsulação de óleo essencial de canela com diferentes materiais de parede e diferentes combinações como inulina, quitosana e outros;
- ✓ Estudar um delineamento experimental, variando temperatura do ar de entrada, vazão de alimentação e concentrações de goma arábica, isolado proteico e maltodextrina, otimizando o processo;
- ✓ Estudar as características da emulsão como estabilidade e tamanho de gotículas;
- ✓ Estudar diferentes processos de homogeneização como ultrassom e alta pressão e avaliar o comportamento das diferentes características físico-químicas dos processos de microencapsulação;
- ✓ Estudar a estabilidade térmica e ao armazenamento em diferentes condições das microcápsulas de óleo essencial de canela; e
- ✓ Estudar o uso das microcápsulas na conservação de alimentos devido suas propriedades antimicrobianas como aditivo ou embalagens.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGHBASHLO, M.; MOBLI, H.; MADADLOU, A.; RAFIEE, S. Influence of Wall Material and Inlet Drying Air Temperature on the Microencapsulation of Fish Oil by Spray Drying. **Food Bioprocess Technology**, v.6, n.6, p.1561-1569, 2012.

ANDRADE, M. A.; CARDOSO, M. G.; BATISTA, L. R.; MALLET, A. C. T.; MACHADO, S. M. F. Essential oils of *Cinnamomum zeylanicum*, *Cymbopogon nardus* and *Zingiber officinale*: composition, antioxidant and antibacterial activities. **Revista Ciência Agronômica**, v. 43, n. 2, p. 399-408, abr-jun, 2012.

ARAÚJO, J. M. A. **Química de Alimentos – Teoria e Prática**. Editora UFV, Viçosa-MG, 2011.

ASSOCIATION OF OFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 17th ed. Gaithersburg, 2000. 932 p.

ASCHERI, D. P. R.; MARQUEZ, M. O. M.; MARTUCCI, E. T. Microencapsulação de óleo essencial de laranja: seleção de material de parede. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, 23(supl.), 1-6, dez. 2003

AZEREDO, H., M., C. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alim. Nutr.** Araraquara. v.13, n. 1p. 89-97, jan/mar. 2005.

BAE, E. K.; LEE, S. J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrina. **Journal of Microencapsulation**, v. 25, n.8, p. 549-560, dez. 2008.

BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; ORTEGA-RIVAS, E.; JULIANO, P.; YAN, H. **Food Powder**. Kluwer Academic/PlenumPublishers, Nova Iorque, 2005.

BARBOSA-CÁNOVAS, G.V.; JULIANO, P. Physical and chemical properties of food powders. In: ONWULATA, C. (Ed.). *Encapsulated and powdered foods*, Boca Raton, Taylor & Francis, 2005, p.39-71

BAHRAM, S.; REZAEI, M.; SOLTANI, M.; KAMALI, A.; OJAGH, S. M.; ABDOLLAHI, M. Whey protein concentrate edible film activated with cinnamon essential oil. **Journal of Food Processing and Preservation**, v.38, n. 3, p. 1251-1258, 2014.

BHANDARI, B. R., PATEL, K. C.; CHEN, X. D. Spray dryer of food materials – process and product characteristics. In: CHEN, X. D.; MUJUMDAR, A. S. **Drying Technologies in Food**. Blackwell Publishing, 2008.

BHUSARI, S. N.; MUZAFFAR, K.; KUMAR, P. Effect of carrier agentes on physical and microstructural properties of spray dried tamarind pulp powder. **Powder Technology**, v. 266, p. 354-364, 2014.

BIZZO, H. R., HOVELL, A. M. C., REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**. v.3 n.3. 2009.

BOTREL, D. A.; BORGES, S. V.; FERNANDES, R. V. B.; VIANA, A. D.; COSTA, J. M. G.; MARQUES, G. R. Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. **Food Science and Technology**, v. 47, n. 11, p. 2289-2296, 2012.

BRASILIRO, J. S. L. **Microencapsulação de compostos bioactivos: inovação em diferentes áreas**. Dissertação. Mestrado Integrado em Ciências Farmacêuticas. Universidade Fernando Pessoa, 2011.

CAI, Y.Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus* betacyanin pigments. **Journal of Food Science** v.65, n.7, p.1248–1252, 2000

CANO-CHAUCA, M.; STRNGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effects of the carries on the microestructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 5, p. 420-428, 2005.

CARMONA, P. A. O. **Secagem por atomização de óleo de laranja: estudo das propriedades da emulsão e do tipo de material de parede sobre as características do pó e a estabilidade de D-Limoneno**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). 176p. Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2011.

CARNEIRO, H. C. F. **Microencapsulação de óleo de linhaça por spray drying: influência da utilização de diferentes combinações de materiais de parede**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). 91f. Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2011.

CARR, R.L. Evaluating flow properties of solids. **Chemical Engineering**, v.72, n.3, p.163–168, 1965

CASTRO-CISLAGHI, F. P.; FRITZEN-FREIRE, C. B.; SANT’ANNA, E. S. Potencial of liquids whey as the encapsulating agent of Bifidobacterium Bb-12 by spray comparison with Arabic gum. **Ciência Rural**

CELESTINO, S. M. C. **Princípios de Secagem de Alimentos**. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – EMBRAPA. Planaltina, DF. 2010.

CHARVE, J.; REINECCIUS, G. A. Encapsulation performance of proteins and traditional materials for spray dried flavors. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.57, n.6, p. 2486-2492, 2009.

CHEGINI, G. R.; GHOBADIAN, B. Spray dryer parameters for fruits juice drying. **World Journal of Agricultural Science**, v. 3, n.2, p. 230-236, 2007.

CHEN, X. D. Food Drying Fundamentals. In: CHEN, X. D.; MUJUMDAR, A. S. **Drying Technologies in Food Processing**. Blackwell Publishing. Oxford, 2008.

CHENG, N. S., Formula for viscosity of glycerol-water mixtures, **Industrial & Engineering Chemistry Research.**, vol. 47, p. 3285–3288, 2008.

CHRANIOTI, C.; TZIA, C. Arabic gum mixtures as encapsulating agents of freeze-dried fennel oleoresin products. **Food and Bioprocess Technology**, v. 7, n.4. p.1057-1065, 2013.

CISLAGHI, F. P. C. **Soro de Leite como agente microencapsulante de *Bifidobacterium* BB-12 por Spray Drying.** Tese (Doutorado em Ciências de Alimentos). 109p. Centro de Ciências Agrárias, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Florianópolis, 2012.

COSTA, J. M. G. **Eficiência de diferentes encapsulantes e conduções operacionais de secagem por atomização na produção e aplicação de micropartículas de bioaroma de queijo suíço.** Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos). Departamento de Ciência dos Alimentos, UFLA. Lavras-MG, 2013.

COSTA, J. M. G.; BORGES, S. V.; HIJO, A. A. C. T.; SILVA, E. K.; MARQUES, G. R.; CIRILLO, M. A.; AZEVEDO, V. M. Matrix structure selection in the microencapsulation of essential oil oregano produced bay spray dryer. **Journal of Microencapsulation**, v. 30, n. 8, p. 717-727, 2013.

CRAPISTE, G. H.; ROTSTEIN, R. Design and Performace Evalution of Dryers. In: VALENTAS, K. J.; ROTSTEIN, E.; SINGH, R. P. **Handbook of Food Engineering Prattice.** CRC Press. New York, 1997.

DIAS, P. C. M. **Microencapsulação de óleo de peixe utilizando goma arábica/maltodextrina e caseína e pectina.** Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) p. 107. Faculdade de Farnácia, Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), Rio de Janeiro, 2009.

ENDO, E.; BORGES, S. V.; DAIUTO, E. R.; CEREDA, M. P.; AMORIM, E. **Avaliação da vida de prateleira do suco de maracujá (*Passiflora edullis f. flavicarpa*) desidratado.** Ciências e Tecnologia de Alimentos, Campinas, 27(2): 382-386, abr.-jun. 2007.

ENNIS, M. P.; MULVIHILL, D. M. Milk Proteins. In: PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. **Handbook of Hydrocolloids**. CRC Press. England, 2000.

FÁVARO-TRINDADE, C. S. ; PINHO, S. C.; ROCHA, G.A. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 11, n. 2, p. 103-112, 2008.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia de processamento de alimentos**. Artmed, 2006.

FERNANDES, R. V. B., BORGES, S. V., BOTREL, D. A. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated Rosemary essential oil properties. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v.33, n.1, p. 171-178, fev.2013.

FERNANDES, R. V. B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p-524-532, 2014a.

FERNANDES, R, V. B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A.; OLIVEIRA, C. R.; Physical and chemical properties of encapsulated Rosemary essential oil by spray drying using whey protein-inulin blends as carriers. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 49, p. 1522-1529, 2014b.

FITZPATRICK, J. J.; IQBAL, T. DELANEY, C.; TWONEY, T.; KEOGH, M. K. Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powder with different fat contents. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 4, p. 435-444, 2004.

FITZSIMONS, S. M.; MULVIHILL, D. M.; MORRIS, E. R. Denaturation and aggregation process in thermal gelation of whey proteins resolved by differential scanning calorimetry. **Food Hydrocolloids**, v.21, n.4, p.638-644, 2007.

FILKOVÁ, I., HUANG, L. X., MUJUMDAR, A. S. Industrial spray drying systems. In: MUJUMDAR, A.S. **Handbook os Industrial Drying**. CRC Press. London, 2006.

FRASCARELI, E. C. **Microencapsulação de óleo de café através de secagem por atomização: avaliação das propriedades da emulsão e do tipo de material de parede sobre as características do pó.** Dissertação (Mestre em Engenharia de Alimentos). 153 f. Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, 2010.

FREIRE, J. M. **Óleos essenciais de canela, manjerona e anis-estrelado: caracterização química e atividade biológica sobre *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli*, *Aspergillus flavus* e *Aspergillus parasiticus*.** Dissertação (Mestrado em Agroquímica). Universidade Federal de Lavras, Lavras-MG, 2008.

FUCHS, M.; TURCHIULI, C.; BOHIN, M.; CUVELIER, M. E.; ORDONNAUD, PEYRAT-MAILLARD, M. N.; DUMOULIN, E. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, 75, 27–35, 2006

GHARSALLAOUI, A.; GAELLE ROUDAUT, O. C.; ANDREE VOILLEY, R. S. Applications of spray-drying on microencapsulation of food ingredients: an review. **Food Research Internactional**, v.40, p. 1107-1121, 2007.

HECHT, J. P.; KING, J. Spray Drying: Influence of Developing Drop Morphology on Drying Rates and Retention of Volatile Substances. 1. Single-Drop Experiments. **Industrial & Engineering Chemistry Research**, v.39, n. 6, p. 1756-1765, 2000.

HIJO, A. A. C. T.; COSTA, J. M. G.; SILVA, E. K.; AZEVEDO, V. M.; YOSHIDA, M. I.; BORGES, S. V. Physical and thermal properties of oregano (*Origanum vulgare* L.) essential oil particles. **Journal of Food Process Engineering**, 2014. Disponível em <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/jfpe.12120/abstract>

IONASHIRO, M. **Fundamentos da Termogravimetria. Análise Térmica Diferencial. Calorimetria Exploratória Diferencial.** São Paulo: Giz, 2005.

JAFARI, S. M. ASSADPOOR, E.; HE, Y.; BHANDARI, B. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*, New York, v. 26, n. 7, p. 816-835, 2008

JAFARI, S. D.; BEHESHTI, P.; ASSADPOOR, E. Rheological behavior and stability of D-limonene emulsions made by a novel hydrocolloid (Angum gum) compared with Arabic gum. **Journal of Food Engineering**, v.109, p.1-8, 2012.

JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v.84, p. 194-205, 2008.

JULIANO, P.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. B. Food powder flowability characterization: theory methods and applications. Annu. **Rev. Food Science Technology**, v.1, p. 211-239, 2010.

KAJIYAMA, T.; PARK, K. J. Influência do tamanho das gotas e do teor de água final no tempo de secagem em secador atomizador. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**. Campina Grande, v.12, n.1, p.29-36, 2010.

KIM, Y. D.; MORR, C. V. Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins: spray-dried orange oil emulsion particles. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v. 44, p.1314-1320, 1996.

KOKETSU, M.; GONÇALVES, S. L.; GODOY, R. L. O.; LOPES, D.; MORSBACH, N. Óleo essenciais de casacas e folhas de canela (*Cinnamomu verum* Presl) cultivada no Paraná. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 17, n. 3, 1997.

LANNES, S. C. S.; MEDEIROS, M. L. Processamento de achocolatado de cupuaçu por spray-dyer. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n.1, jan./mar., 2003.

LAWLESS, J. The encyclopedia of essential oils. **Conari Press**, 2013.

MACHADO, B. F. M. T.; FERNANDES JUNIOR, A. óleos essenciais: aspectos gerais e usos em terapias naturais. **Cadernos Acadêmicos**, v.3, n.3, p.105-127, 2011.

MARQUES, G. R.; BORGES, S. V.; MENDONÇA, K. S.; FERNANDES, R. V. B.; MENEZES, E. G. T. Application of maltodextrina in green corn extrato poder production. **Powder Technology**, v.263, p. 89-95, 2014.

MARTINS, A. P. C. **Preparação e caracterização de filmes biodegradáveis para aplicação em embalagens de alimentos**. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química). Departamento de Química, UFSC, 2010. 32p.

MASTER, K. **Spray Drying: An introduction to principles, operation practice and application**. Leonard Hill Books, London, 1972.

MATTÉ, G. M., ROSA, S. A tecnologia da microencapsulação através das microesferas de quitosana. **Revista Iberoamericana de Polímeros**, v. 14, n. 5, set, 2013.

MENEZES, C. R., BARIN, J. S., CHICOSKI, A. J., ZEPKA, L. Q., JACOB-LOPES, E., FRIES, L. L. M., TERRA, N. N. Microencapsulação de probióticos: avanços e perspectivas. **Ciência Rural**, Santa Maria. Disponível em <http://www.scielo.br/pdf/cr/2013nahead/a18613cr2012-0763.pdf> . Acessado em 05 de agosto de 2014.

MOREIRA, G. E. G. **Obtenção e caracterização de extrato microencapsulado de resíduo agroindustrial de acerola**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007.

MULLER, P. S. **Microencapsulação do óleo essencial de laranja**. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Paraná, p. 99, 2011.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, Curitiba, v. 20, n. 4, 2010 .

OLIVEIRA, F. M. N.; FIGUEIRÊDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. **Análise comparativa de polpa de pitanga integral, formulada e em pó**. Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais, Campina Grande, v.8, n.1, p.25-33, 2006

OMER, K; ASHGRIZ, N. Spray Nozzles. In: ASHGRIZ, N. **Handbook of Atomization and Spray**. Springer, New York, 2011

OOTANI, M. A.; AGUIAR, R. W.; RAMOS, A. C. C.; BRITO, D. R.; SILVA, J. B.; CAJAZEIRA, J. P. Use of essential oils in agriculture. **Journal of Biotechnology and Biodiversity**, v.4, n.2, p. 162-174, mar., 2013.

ORDÓÑEZ, J. A.; RODRIGUEZ, M. I. C.; ÁLVAREZ, L. F.; SANZ, M. L. G.; MINGUILLÓN, G. D. G. F.; PERALES, L. I. H.; CORTECERO, M. D. S. **Tecnologia de Alimentos v.01 – Componentes dos Alimentos e Processos**. Editora Artmed, Porto Alegre-RS, 2005.

PARIZE, A. L. **Microencapsulação e liberação controlada do corante natural de urucum utilizando matriz polimérica de quitosana**. Dissertação. Departamento de Química. Centro de Ciências Físicas e Matemáticas. UFSC. 2003

PATEL, R. P.; PAETL, M. P.; SUTHAR, A. M. Spray Drying technology: an overview. Indian Journal of Science and Technology, v. 2, n. 10, 2009.

PASSOS, M. L.; BIRCHAL, V. S. Manipulating physical properties of powder. In: WOO, M. W.; MUJUMDAR, A. S.; DAUD, W. R. W. **Spray Drying Technology**. Singapore, 2010.

PERDONES, A.; VARGAS, M. ANTARES, L.; CHIRALT, A. Physical, antioxidant and antimicrobial properties of chitosan–cinnamon leaf oil films as affected by oleic acid. **Food Hydrocolloids**, v.36, p-256-264, 2014.

PEREIRA, T. **Microencapsulação do óleo eugenol pelo método de spray drying**. Trabalho de Conclusão de Curso. Centro de Ciências Físicas e Matemáticas, UFSC. Florianópolis, 2007.

QUEIRÓS, P. V. B. T. **Atomização e Combustão de Glicerina**. 2011. 85 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica). Instituto Superior Técnico. Universidade Técnica de Lisboa

RÉ, M. I. Microencapsulação: Em busca de produtos inteligentes. **Ciência Hoje**, v.27, n.162, p.24-29, 2000.

REBELLO, F. F. P. Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Revista Agrogeoambiental**. Dez, 2009. Disponível em: <http://joomla3.ifsuldeminas.edu.br/~ojs/index.php/Agrogeoambiental/article/view/223>
Acessado em 06 de ago. de 2014.

REINECCIUS, G.A. The spray drying of food flavors. **Drying Technology**, 22, 1289–1324, 2004.

REIS, J. B. **Estudo analítico, avaliação da toxicidade e atividade moluscicida do óleo essencial *Ciannamomum seylanicum* Blume (Canela) frente ao caramujo *Biomphalaria glabrata* (Say, 1818)**. Dissertação (Mestrado em Química), 84f., 2012. Universidade Federal do Maranhão.

RIBEIRO, M. J.; VENTURA, J. M.; LABRINCHA, J. A. A Atomização como Processo de Obtenção de Pós para a Indústria Cerâmica. **Cerâmica Industrial**, v.6(5) set-out, 2001.

RODEA-GONZÁLEZ, D. A.; CRUZ-OLIVARES, J.; ROMÁN-GUERRERO, A.; RODRÍGUEZ-HUEZO, M. E.; VERNON-CARTER, E. J.; PÉREZ-ALONSO, C. Spray-dried encapsulated of chia essential oil (*Salvia hispanica* L.) in whey protein concentrate-polysaccharide matrices. **Journal of Food Engineering**, v.111, p. 102-109, 2012.

ROMAN, J. A.; SGARBIERI, V. C. Physical-chemical characterization of protein isolate and gelatin from bovin origin. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 10, n. 2, p. 137-143, abr./jun., 2007.

ROSA, E.D., TSUKADA, M.1 & FREITAS, L.A.P. Secagem por atomização na indústria alimentícia: fundamentos e aplicações. Acessado em 08 de março de 2013. Disponível em <<http://www.fazu.br/hd2/jornada2006/PALESTRAS/ENGE/palestra2.pdf>>

ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I.J. TALMON, Y. Factors affecting retention in spray drying microencapsulation of volatile materials. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.38, n.5, p.1288-1294, 1990.

RUTZ, J. K. **Caracterização e microencapsulação de suco de pitanga roxa (*Eugenia uniflora* L.)**. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Alimentos). 106f. Departamento de Ciência e Tecnologia Agroindustrial, UFPEL, Pelotas – RS, 2013.

SANTANA, A. A. **Obtenção da polpa de pequi e do leite de coco de babaçu microencapsulados através da secagem por aspersão**. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola). Departamento de Engenharia Agrícola, UNICAMP. Campinas, 2013. p. 310.

SANTOS, A. B.; FAVARO-TRINDADE, C. S.; GROSSO, C. R. F. Preparo e caracterização de microcápsulas de oleoresina de páprica obtidas por atomização. **Ciências Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 2, jun., 2005.

SANTOS, A. B., FERREIRA, V. P., GROSSO, C. R. F. Microcápsulas: Uma alternativa viável. Microencapsulação de produtos sensíveis à oxidação óleo-resina de páprica. **Biotecnologia, Ciência e Desenvolvimento**. v.3 (16) p.26-30, 2000.

SGARBIERI, V. C. Propriedades fisiológicas-funcionais das proteínas do soro de leite. **Revista de Nutrição**, v. 17, out./dez., 2004.

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

SINGH, G.; MAURYA, S.; DELAMPASONA, M. P.; CATALAN, C. A. N. A comparison of chemical, antioxidant and antimicrobial studies of cinnamon leaf and bark volatile oils, oleoresins and their constituents. **Food and Chemical Toxicology**, v.45, p. 1650-1661, 2007.

SILVA, C.; RIBEIRO, A.; FERREIRA, D.; VEIGA, F. Administração oral de peptídeos e proteínas: II. Aplicação de métodos de microencapsulação. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 39, n. 1 São Paulo, 2003.

SILVA, M. C. **Aproveitamento do resíduo do despolpamento da jabuticaba (*Myrciaria cauliflora*) para obtenção de pigmento com propriedades funcionais**. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA), Pirassununga-SP, 2012.

SIMIC, A.; SOKOVIC, M. D.; RISTIC, M.; GRUJIC-JOVANOVIC, S.; VUKOJEVIC, J. MARIN, P. D. The chemical composition of some lauraceae essential oils and their antifungal activities. **Phytoteraphy Research**, v.18, p. 713-717, 2004.

SOLÓRZANO-SANTOS, F.; MIRANDA-NOVALES, M. G. Essential oils from aromatic herbs as antimicrobial agents. **Current opinion in Biotechnology**. v.23, p-136-141, 2012.

SOUZA, A. S.; BORGES, S. V.; MAGALHÃES, N. F.; RICARDO, H. V.; CEREDA, M. P.; DAIUTO, E. R. Influence of spray drying conditions on the physical properties of dried pulp tomato. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 2, p. 291-294, 2009.

SUAVE, J.; DALL'AGNOL, E. C.; PEZZIN, A. P. T.; SILVA, D. A. K.; MEIER, M. M.; SOLDI, V. Microencapsulação: inovação em diferentes áreas. **Revista Saúde e Ambiente/ Health and Enviroment Journal**, v. 7, n. 2, dez., 2006.

TONON, R. B. **Secagem por atomização do suco de açaí**. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). 242f. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, 2009.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influência da temperatura do ar de secagem e da concentração de agente carreador sobre as propriedades físico-químicas do suco de açaí em pó. **Ciência Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 2, Jun., 2009.

TONON, R. V.; PEDRO, R. B.; GROSSO, C. R. F.; HUBINGER, M. D.; Microencapsulation of flaxseed oil by spray drying: effect of oil load and type of wall materials. **Drying Technology**, v. 30, n. 13, p.1491-1501, 2012.

TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Aplicação da secagem por atomização para a obtenção de produtos funcionais com alto valor agregado do açaí. **Inc. Soc.**, v.6, n. 2, p. 70-76, 2013.

VALDUGA, A. T.; BATTESTIN, V. FINZER, J. R. D. Secagem de extratos de erva-mate em secador por atomizador. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, 23(2): 184-189 maio-ago, 2003.

VALENZUELA, C.; AGUILERA, J. M. Effects of maltodextrina on hygroscopicity and crispness of apple leathers. **Journal of Food Engineering**, v. 144, p-1-9, 2014.

VASISHT, N. Selection of Materials for microencapsulation. In: GAONKAR, A.; VASISHT, N.; KHARE, A.; SOBEL, R. **Microencapsulation in the food industry**. Academic Press, 2014.

VISSOTTO, F. Z.; MONTENEGRO, F. M.; SANTOS, J. M.; OLIVEIRA, S. J. R. Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.26, n.3, p.666-671, 2006.

YANG, J.; XIAO, J. X.; DING, L. Z. An investigation into the application of konjac glucomannan as a flavor encapsulant. **European Food Research and Technology**, Berlin, v. 229, n. 3, p. 467-474, May 2009.

WANDREY, C.; BARTKOWIAK, A.; HARDING S. E. Materials for Encapsulation. In: ZUIDAM, N.; NEDOVIC, V. **Encapsulation technologies for active food ingredients and foods processing**. Springer, New York. 2010.

WANG, R. WANG, R. YANG, B. Extration of essential oils from five cinnamon leaves and identification of their volatile compound compositions. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 10, p. 289-292, 2009.

WANG, Y. J.; W, L. Structure and properties of commercial maltodextrins from corn, potato and rice starches. **Starch/Starke**, v.52, p. 296-304, 2000.

WALTON, D.E. The morphology of spray-dried particles a qualitative view. **Drying Technology**, v.18, n.9, p.1943-1986, 2000.

WIT, J. N. Nutritional and functional characteristics of whey protein in food products. **Journal of Dairy Science**, v. 81, p. 597-608, 1998.

ZOHURIAAN, M. J.; SHOKROLAHI, F. Thermal studies on natural and modified gums. **Polymer Testing**, v.23, p. 575-579, 2004.

ZOTARELLI, M. F. Produção e caracterização de manga desidratada em pó por diferentes processos de secagem. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos). 165f. Universidade Federal de Santa Catarina-UFSC, Florianópolis, 2014.

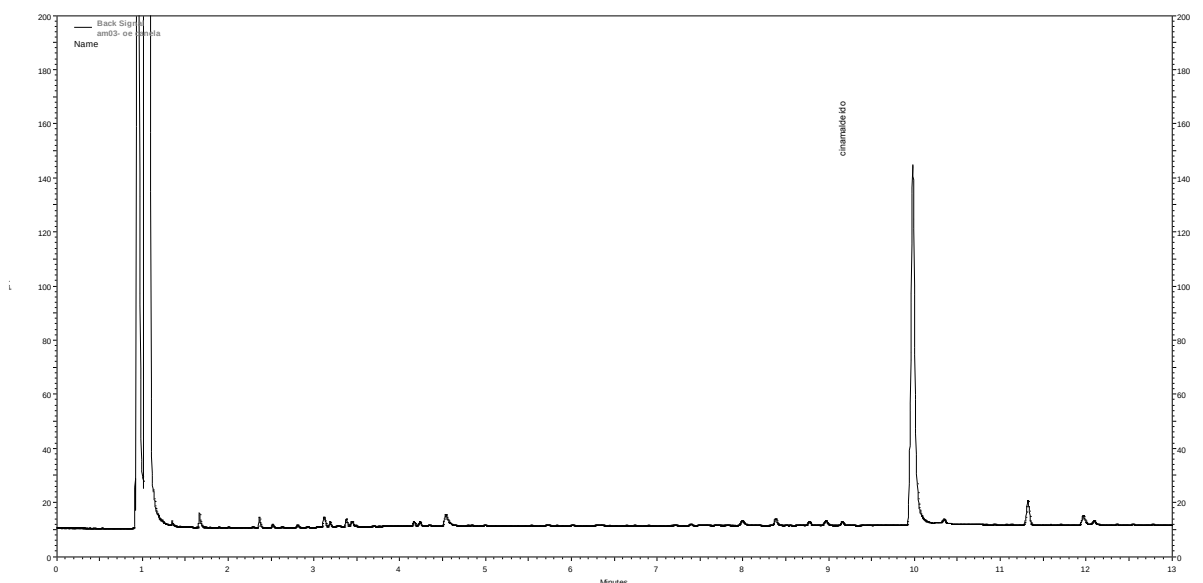


Figura 8.3 - Perfil Cromatográfico Completo - Teste 3

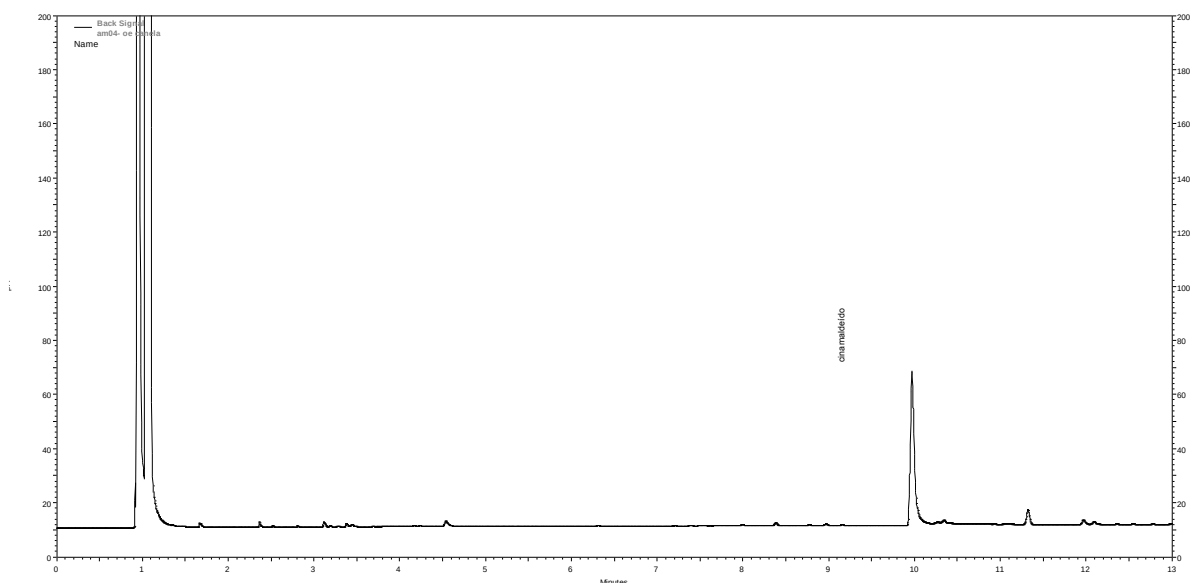


Figura 8.4 - Perfil Cromatográfico Completo - Teste 4

8.2 ANÁLISES TÉRMICAS

A Figura 5.5 traz a relação entre a Análise Termogravimétrica (TGA) e Termogravimétrica Diferencial (DTA) ao longo do aquecimento das amostras entre 30 e 600°C. Todos os testes apresentaram um primeiro pico endotérmico iniciando na temperatura aproximada de 30°C e com final aproximada de 120°C e pico aproximado de 60°C. Essa absorção de energia se deve a evaporação dos voláteis e da umidade presente nas microcápsulas. Também para todos os testes observa-se picos endotérmicos menores no intervalo de temperatura de 200 – 220°C aproximado. Na faixa de temperatura de 200 até 400°C observa-se a maior perda de

massa para todas amostras. Essa perda de massa está associada a combustão dos materiais de parede.

No estágio final das curvas, observa-se que para os testes I e I/M o início de um pico exotérmico de 400°C em diante relativo a combustão do material de parede, mas e para os testes G e G/M esse pico acontece próximo a 500°C. Esse comportamento pode ser caracterizado como a temperatura de combustão da Goma Arábica e do Isolado Proteico, respectivamente. A maltodextrina adicionada não influenciou nessa temperatura concluindo-se que a sua adição não interfere na estabilidade da micropartícula.

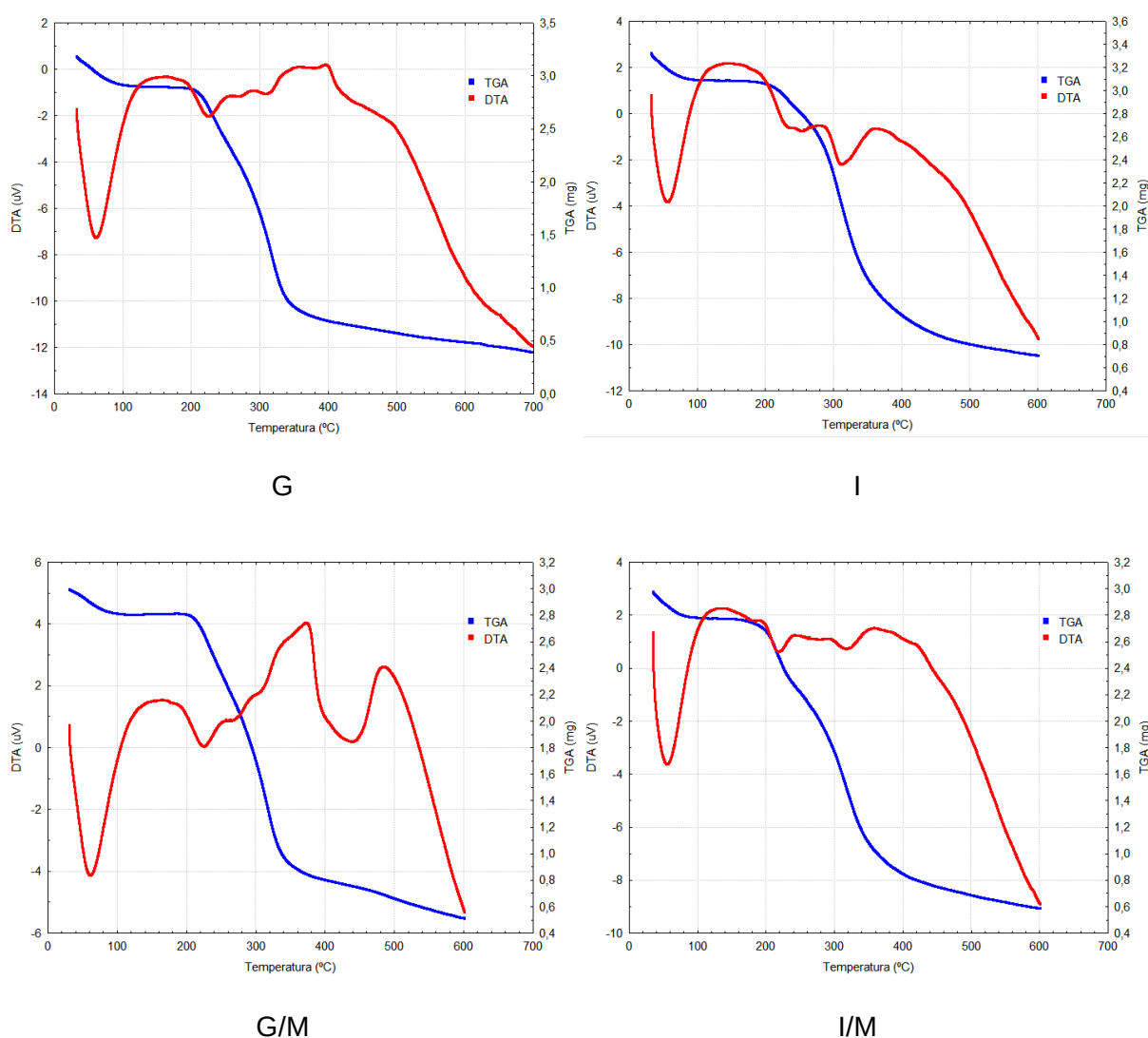


Figura 8.5 – Gráficos de DTA e TGA em relação a temperatura: Testes G, I, G/M e I/M.

Pode-se observar também que o testes com isolado proteico (Testes I e I/M) apresentam uma taxa de perda de massa menor que para os testes com goma arábica (Testes G e G/M)

concluindo-se que o isolado proteico apresenta uma maior estabilidade térmica em relação a goma arábica. Também, observa-se que a maltodextrina não influencia muito na estabilidade térmica final do microencapsulado.

Zohuriaan & Shokrolahi (2004) ao estudarem a estabilidade térmica de diversas gomas naturais e modificadas observaram dois estágios de decomposição da goma arábica no qual o primeiro acontecendo entre 32,9 – 164,6°C e o segundo acontecendo entre 223,4 – 377,5°C, sendo que no primeiro estágio houve uma perda de 7,5% de massa, enquanto no segundo estágio a perda foi de 56% de massa total. Os valores corroboram com este trabalho no qual a maior variação de massa para os testes com goma arábica ocorreram entre temperaturas de 200 – 330°C aproximadamente.

A Figura 8.6 mostra a relação entre DSC ao longo do aquecimento de -40°C até 250°C.

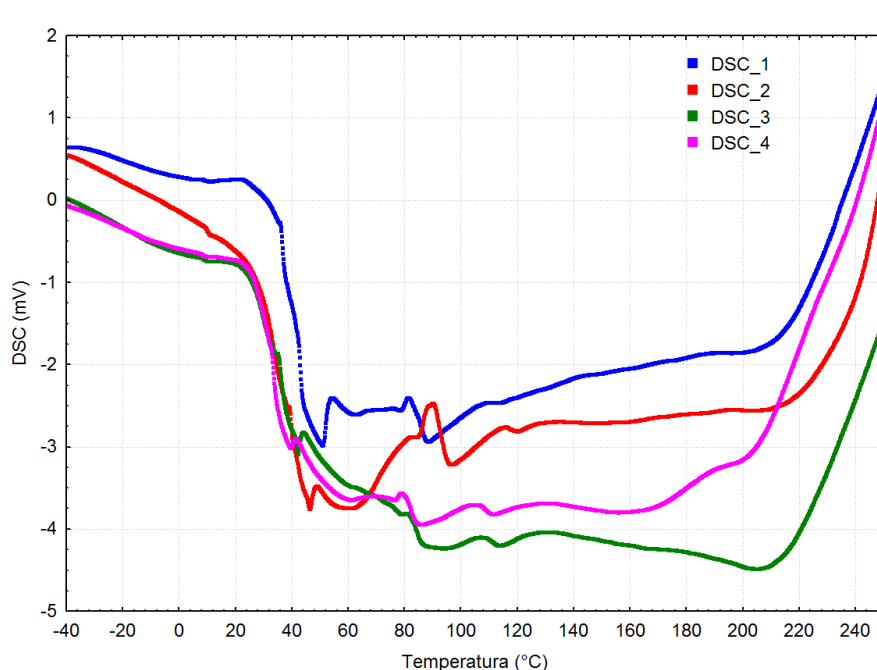


Figura 8.6 - Relação entre DSC e Temperatura: Testes 1(G), 2(I), 3(G/M) e 4(I/M).

Zohuriaan e Shokrolahi (2004) ao estudarem a estabilidade térmica de diversas gomas naturais e modificadas observaram 2 picos relevantes de variação de entalpia entre as temperaturas de 0 – 260°C, um com valor de temperatura de 93°C e outro iniciando a temperatura de 250° e terminando na temperatura de 350°C, aproximado. Neste segundo pico, eles observaram a maior perda de massa, como observado neste trabalho.

Fitzsimons *et al.* (2007) observaram um pico exotérmico em temperaturas próximas a 75°C, iniciando a desnaturação das proteínas do soro de leite. Observa-se na figura 4.21 que os dados deste trabalho são diferentes comparados com os do autor citado, visto que para os testes que utilizam isolado proteico apresentaram os picos exotérmicos relativos a

desnaturação das proteínas próximos a 90°C e o pico de temperatura do início da degradação da proteína é próximo a 200°C.