



UNIVERSIDADE ESTADUAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM BIOTECNOLOGIA
DOUTORADO EM BIOTECNOLOGIA

LUANA GUABIRABA MENDES

MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE ALECRIM EM
MATRIZES DE GALACTOMANANA DE *CAESALPINIA PULCHERRIMA* E
GOMA DO CAJUEIRO *ANACARDIUM OCCIDENTALE L*

FORTALEZA-CEARÁ

2017

LUANA GUABIRABA MENDES

**MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE ALECRIM EM
MATRIZES DE GALACTOMANANA DE *CAESALPINIA PULCHERRIMA* E
GOMA DO CAJUEIRO *ANACARDIUM OCCIDENTALE L***

Tese apresentada ao Curso de Doutorado em Biotecnologia do Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia – RENORBIO pela Universidade Estadual do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Biotecnologia. Área de concentração: Biotecnologia em Recursos Naturais.

Orientador: Renato de Azevedo Moreira

Co-orientadora: Roselayne Ferro Furtado

FORTALEZA-CEARÁ

2017

LUANA GUABIRABA MENDES

MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE ALECRIM EM MATRIZES
DE GALACTOMANANA DE *CAESALPINIA PULCHERRIMA* E GOMA DO
CAJUEIRO *ANACARDIUM OCCIDENTALE L.*

Tese apresentada ao Curso de Doutorado em Biotecnologia do Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia – RENORBIO pela Universidade Estadual do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de doutor em Biotecnologia. Área de concentração: Biotecnologia em Recursos Naturais.

Aprovado em:

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Renato de Azevedo Moreira
Universidade de Fortaleza- UNIFOR

Dra. Roselayne Ferro Furtado
Embrapa Agroindústria Tropical- EMBRAPA

Dra. Maria do Socorro Rocha Bastos
Embrapa Agroindústria Tropical- EMBRAPA

Profa. Dra. Maria Izabel Gallão
Universidade Federal do Ceará – UFC

Dr. Ângelo Roncalli Alves e Silva
Universidade de Fortaleza- UNIFOR

Dedico primeiramente a Deus, meu porto seguro, onde nos momentos difíceis me dava força para prosseguir. Aos meus pais queridos, Leonardo e Célia, ao meu esposo Daniel Feitosa que nessa caminhada foram os maiores incentivadores e fundamentais para finalização desse trabalho. Obrigada por tudo!

AGRADECIMENTOS

A Deus, meu porto seguro em todos os momentos da minha caminhada.

À Universidade de Fortaleza (UNIFOR) pela disponibilidade dos laboratórios para execução da primeira etapa desse trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) por viabilizar meus estudos e a pesquisa, através de concessão da bolsa de estudo e incentivo financeiro.

À Embrapa Agroindústria Tropical por disponibilizar a infraestrutura dos laboratórios de embalagens, biomassa, produtos natural e de pós-colheita para realização do experimento.

Ao meu orientador prof. Renato de Azevedo Moreira, por todos os ensinamentos, dedicação, paciência conversa de apoio e atenção a este trabalho. Suas orientações foram muito valiosas.

À minha co-orientadora Dra. Roselayne Ferro Furtado, pela disponibilidade, orientações e dedicação ao longo deste trabalho e por nos momentos mais difíceis enxergava uma luz e direcionava o trabalho. Sua ajuda incansável durante toda a pesquisa. Sua participação foi fundamental para realização desse trabalho.

À Dra. Socorro Rocha Bastos, pela disponibilidade, paciência, compreensão, conselhos e apoio durante todo o doutorado.

À profa. Cristina Moreira pelos ensinamentos e observações nas etapas iniciais do trabalho e nos seminários.

Ao professor José Maria Costa que disponibilizou o laboratório de do laboratório e Controle de Qualidade e Secagem da Universidade Federal do Ceará, para a realização do processo de atomização e análise de higroscopicidade.

Aos meus pais, pelo amor, exemplo, estímulo constante e pelo enorme esforço que desprenderam para que eu alcançasse os meus objetivos, me fortalecendo nos momentos mais difíceis da minha vida. Vocês são exemplos para mim!

Ao meu esposo Daniel Feitoza, por ser insistido tanto na realização do meu doutorado e por ter me apoiado em todos os momentos, vibrando comigo em cada detalhe e conquista, e não me fazendo desistir nas horas de dificuldade. Amo você!

Ao meu irmão Bruno Mendes, minhas tias Socorro (dinha), Cacilda e Jacilda e cunhada Camila Sales, por sempre me apoiarem e darem forças nessa caminhada de quatro anos.

Ao meu amigo e irmão Rôgenio Mendes, que encontrei na vida acadêmica, pela paciência e ensinamentos em tudo e sempre dando uma palavra de apoio. Sempre executando este trabalho comigo e planejando os artigos. Minha imensa gratidão.

Aos meus amigos, principalmente Camila Freitas, Marília de Freitas, Camila Salviano e Mayrla Lima que colaboraram com minha trajetória para concluir mais uma etapa de minha vida profissional e pelas palavras de apoio no decorrer desta pesquisa.

Aos amigos do laboratório F66, pela paciência em passar os primeiros ensinamentos essenciais para realização do projeto. Obrigada!

Aos amigos do laboratório de embalagens a Dra. Selene, Aíris, Delane, Talita, Rafa, Williara, Sarah, Camila, Andressa, Willian, Tiago, Luana Carvalho, Marília Albuquerque e Marília Alves, Gabi, Ruan, Kelvi, Nadya e Roseane pela companhia, amizade, companheirismo, risadas, apoio, momentos de descontração e alegria e também de muito aprendizado durante as análises no decorrer da pesquisa e também pela paciência durante esse tempo que passamos juntos. Por tornar o laboratório uma família e a pesquisa prazerosa. Vocês são maravilhosos!

Ao laboratório de Controle de Qualidade e Secagem da Universidade Federal do Ceará em especial, a Luciana e por disponibilizar para a realização da secagem no spray drying e pelos momentos de convivência e palavras de apoio.

Ao laboratório de Frutas e Hortaliças , em especial a Ana Cristina por realizar minhas análises de reologias.

Aos colegas do Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia pela convivência e companheirismo.

Aos membros da banca examinadora.

A alegria está na luta, na tentativa, no sofrimento envolvido e não na vitória propriamente dita.

(Mahatma Gandhi)

RESUMO GERAL

O estudo de novos polímeros naturais como materiais de parede na microencapsulação é de extrema importância, pois visa atender novas exigências e demandas mundiais e fortalece perspectivas do uso de materiais alternativos àqueles já utilizados. A tecnologia de microencapsulação por atomização associada à modificação de matrizes e à liberação de princípios ativos, como aromas de alimentos, tem sido aplicada em sistemas poliméricos na forma de micropartículas. A utilização da combinação da galactomanana e goma de cajueiro (GAL/GC reticulado) como agente encapsulante na microencapsulação do óleo essencial de alecrim por atomização mostraram que o aumento da concentração de galactomanana afetou significativamente ($p < 0,05$) a viscosidade, o tamanho das gotas de emulsões e o tamanho das partículas. O aumento do teor de sólidos solúveis influenciou positivamente em uma maior eficiência de encapsulamento. A otimização das concentrações de goma de cajueiro e galactomanana permitiu encontrar proporções adequadas para um eficiente encapsulamento do óleo essencial de alecrim, sendo de 0,4% (m/v) de galactomanana e 19,4% (m/v) de goma de cajueiro. Emulsão de galactomanana e goma de cajueiro reticulada com trimetafosfato de sódio teve características mais desejáveis para um eficiente encapsulamento por atomização do que a goma de cajueiro reticulada sem a galactomanana apresentando maior viscosidade, distribuição uniforme e tamanho menor das gotas. A umidade, a higroscopicidade e a solubilidade das micropartículas são fatores importantes dos pós na vida de prateleira e para uso pela indústria e não foram afetadas pela incorporação da galactomanana como material de parede. Por outro lado, a presença da galactomanana aumentou o tamanho das partículas e contribuiu para melhorar a eficiência de encapsulamento e liberar mais lentamente o óleo essencial em condições de alta temperatura. A blenda binária apresentada representa uma alternativa potencial de materiais de paredes para o encapsulamento de óleo essencial de alecrim.

Palavras – chave: Galactomanana, goma de cajueiro, voláteis, eficiência de encapsulamento.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Reservatório (à esquerda), Matriz (à direita).	23
Figura 2: Etapas do processo de microencapsulação por spray-drying	29
Figura 3: Esquematização das principais etapas envolvidas no processo de microencapsulação por <i>spray drying</i>	33
Figura 4: Exsudato do cajueiro (A) e Polissacarídeo Isolado (B) da Goma de Cajueiro <i>Anacardium occidentale</i>	34
Figura 5: Fragmento estrutural da goma de caju não modificada. R representa cadeias de d-manose, l-ramnose, 1-arabinose ou arabinose ligada a 1, 2.	38
Figura 6: Estrutura da galactomanana com unidades de D-manose em ligação β -(1 \rightarrow 4) e unidades de D-galactose em ligação α -(1 \rightarrow 6).	
Figura 7: Arbusto (A) e Sementes (B) da <i>Caesalpinia Pulcherrima</i> .	
Figura 8: Molécula de trimetafosfato de sódio.	39
Figura 9: Planta de <i>Rosmarinus officinalis</i> L. (alecrim)	

ARTIGO 1

Figura 1: Superfície de resposta do tamanho das gotas das emulsões em diferentes concentrações de galactomanana e goma de cajueiro.	102
Figura 2: Superfície de resposta do tamanho das partículas D[3,2] em pó obtido por <i>spray drying</i> utilizando diferentes concentrações de galactomanana e goma de cajueiro.	104
Figura 3: Superfície de resposta da eficiência de secagem obtida por <i>spray drying</i> em diferentes concentrações de galactomanana e goma de cajueiro.	106
Figura 4: Visualização ao microscópio eletrônico de varredura das partículas produzidas nas seguintes combinações dos materiais de parede: (A) 0,2 g de galactomanana e 19 g de goma de cajueiro; (B) 1,0 g de galactomanana e 19gde goma de cajueiro; (C) 0,6 g de galactomanana e 19 g de goma de cajueiro.	108

ARTIGO 2

- Figura 1:** Microscopia ótica das emulsões a partir de (A) GAL /GC reticulada e (B) GC reticulada (A). **136**
- Figura 2:** Micrografias eletrônicas de varredura obtidas para as partículas de óleo essencial de alecrim produzida com os seguintes materiais de parede: (A) GAL/GC reticulada; (B) GC reticulada; **141**
- Figura 3:** Percentual do perfil dos componentes majoritários do óleo essencial de alecrim por meio de um cromatógrafo gasoso com espectrometria de massa CG-EM Agilent modelo GC-7890B /MSD-5977A (quadropolo). **142**
- Figura 4:** Perfil de liberação do óleo essencial de alecrim na hidro destilação do Clevenger a partir dos diferentes materiais de parede. **144**

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Tipo e tamanho de micropartículas em função da técnica de microencapsulação adotada **95**

ARTIGO 1

Tabela 1: Delimitação composta central rotacional, utilizado nos ensaios de microencapsulação do óleo essencial de alecrim baseado em 100 mL de água destilada. **104**

Tabela 2: Valores médios da composição da galactomanana de *C. pulcherrima* e goma de cajueiro *A. occidentale L.* **106**

Tabela 3: Parâmetros reológicos das emulsões do delineamento pelo modelo da Lei da Potência. **108**

ARTIGO 2

Tabela 1: Composição utilizada para cada tratamento no processo de secagem por atomização. **129**

Tabela 2: Parâmetros reológicos obtidos utilizando o modelo da lei de potência para as emulsões de encapsulantes estudadas. **135**

Tabela 3: Valores médios e desvio padrão para umidade, higroscopicidade, solubilidade, distribuição do tamanho de partículas e eficiência de encapsulação. **137**

Tabela 4: Atividade antimicrobiana do OE de alecrim expressa como concentração inibitória mínima (CIM). **145**

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

M / G : razão manose / galactose

K: índice de consistência

n: índice de comportamento de fluxo

R²: coeficiente de regressão linear

g: grama

M:molaridade

GAL/GC reticulada: galactomanana e goma de cajueiro reticulada

GC reticulada: goma de cajueiro reticulada

TMF: trimetafosfato de sódio

HLB: balanço Hidrofílico-Lipofílico

OE: óleo essencial

CIM: concentração inibitória mínima

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	18
2. REVISÃO DE LITERATURA	20
2.1 Óleos Essenciais	20
2.2 Óleo essencial de alecrim <i>Rosmarinus officinalis L.</i>	23
2.3 Microencapsulação	27
2.3.1 Técnicas de Microencapsulação	
2.4 Microencapsulação por <i>spray drying</i>	31
2.5 Agentes Encapsulantes	35
2.5.1 Goma de Cajueiro	37
2.5.2. Galactomanana	40
3. REFERÊNCIAS	44
SEGUNDA PARTE-ARTIGOS	41
ARTIGO 1 Microencapsulação de óleo essencia <i>Rosmarinus officinalis L.</i> por <i>spray drying</i> utilizando blendas de polissacarídeos.	90
ARTIGO 2 Blenda de galactomanana e goma de cajueiro como material de parede para o encapsulamento de óleo essencial de alecrim .	124
CONCLUSÃO GERAL	154
APÊNDICE	155

1 INTRODUÇÃO

A microencapsulação na indústria de alimentos é o processo pelo qual vários ingredientes alimentícios podem ser armazenados dentro de uma matriz ou revestimento com dimensão microscópica para proteção e / ou liberação posterior (GAONKAR *et al.*, 2014).

Dentre os vários métodos de microencapsulação a secagem por atomização ou *spray drying* é o mais comumente utilizado na indústria de alimentos, devido a uma série de vantagens: rápida secagem e menores danos térmicos a produtos termo sensíveis, possibilidade de diferentes tamanho das partículas, bem como a densidade e excelente dispersibilidade das partículas em meio aquoso, facilidade de operação e boa relação custo-benefício (MURUGESA; ORSAT, 2012; TURCHIULI *et al.*, 2005).

Para que o processo de encapsulamento por atomização seja bem sucedido e eficiente, é necessário utilizar-se de materiais de parede que possuam características de interesse, garantindo um adequado encapsulamento e apresente propriedades ideais no manuseio, na estocagem e na reconstituição (BOTREL, 2013).

O estudo de novos polímeros naturais como agentes encapsulantes na microencapsulação é de extrema importância, pois visa atender novas exigências e demandas mundiais e garante a disponibilidade de materiais alternativos àqueles já utilizados, preferencialmente de baixo custo, baixa toxicidade, ampla disponibilidade e biodegradabilidade (PEPPAS, 2004). Esses polímeros podem ser obtidos de várias fontes tais como sementes, algas, exsudatos de plantas e microrganismos. Dentre esses se destacam, as galactomananas e a goma de cajueiro.

As galactomananas são hidrocolóides importantes no processamento de alimentos por melhorarem a retenção de água, alterarem parâmetros de congelamento e de formação de cristais de água e, principalmente, por aumentarem a viscosidade de alimentos e outros produtos (SOUZA, 2009). A galactomanana pode ser encontrada em várias aplicações nas diversas áreas indústrias. Estas aplicações são decorrentes das suas propriedades reológicas em soluções aquosas, pois em baixas concentrações são capazes de formar soluções altamente viscosas. Diante, dessa propriedade vem sendo empregada como espessantes, estabilizantes, encapsuladores e ainda são fontes de fibra, pois não são digeríveis, contribuindo assim, para agregar valor ao alimento (SOARES, 2009).

As gomas exsudadas também vêm sendo utilizadas como encapsulantes (RIBEIRO et al.,2015; BOTREL et al.,2017). A goma de cajueiro tem se mostrado como uma alternativa a goma arábica por apresentar estrutura química semelhante, além de sua disponibilidade na região Nordeste, principalmente no Ceará. Pela exsudação poder ser estimulada por meio de estresses biótico (ataque de insetos ou patógenos) e abiótico (injúria física) pelo uso de agentes químicos, apresentando uma possibilidade de produção comercial. Porém a sua aplicação como agente encapsulante não é muita vantajosa, por conta de sua baixa viscosidade em altas concentrações, isso influenciando na eficiência de encapsulação, tornando-se necessário a blenda com outros polissacarídeos (CUNHA; PAULA; FEITOSA, 2009; FERNANDES *et al.*, 2016).

Polissacarídeos naturais são frequentemente modificados com substâncias químicas, para alterar suas propriedades e conferir-lhes uma aplicação mais ampla. Agentes de reticulação como epiclodrina, vinilsulfona, os diisotiocianatos e vários diepóxidos e diolefinas e trimetafosfato de sódio, em geral, podem ser aplicados para qualquer polissacarídeo (MATOS, 2000), porém neste trabalho foi utilizado o trimetafosfato de sódio (STMP) que é relatado na literatura como agente reticulante efetivo para diversas gomas (MUHAMMAD *et al.*, 2000), além de apresentar baixa toxicidade, não oferecendo riscos para os seres humanos.

O processo de reticulação química dos polissacarídeos traz uma série de alterações na estrutura da goma “in natura” fazendo com que seja criado um novo material com características muitas vezes diferentes do material de origem. Trabalhos reportados na literatura indicam que a reticulação de micropartículas aumenta a rigidez das paredes, favorecendo a retenção do material núcleo (COMUNIAN et al., 2016; PRATA et al., 2008). Encapsulamento de óleo essencial é importante para indústria de alimentos, cosméticos e farmacêutica, pois tem como objetivo retardar a volatilização dos núcleos e proteger os compostos bioativos das interações indesejáveis com o meio externo.

O óleo essencial de alecrim *Rosmarinus officinalis L.* vem sendo bastante estudado devido a sua atividade antimicrobiana e antioxidante. Por conta desses atributos há o desenvolvimento de diversos produtos utilizando o óleo essencial de alecrim (BABOVIC *et al.*, 2010; FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014; TEIXEIRA *et al.*, 2013).

Nesse contexto, os objetivos deste trabalho foram avaliar os efeitos das concentrações das blendas de galactomanana e goma de cajueiro modificada como

materiais de parede na encapsulação do óleo essencial de alecrim, bem como investigar o potencial de utilização da blenda reticulada de galactomanana e goma de cajueiro em comparação à goma de cajueiro reticulada no processo de secagem por atomização de óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis* L) por meio da avaliação das propriedades físicas, químicas e morfológicas das partículas produzidas.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Microencapsulação

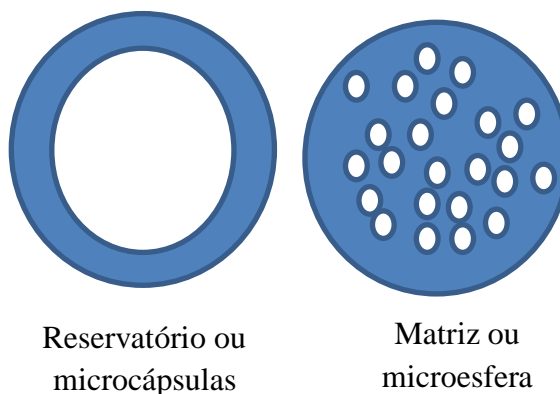
Uma das grandes dificuldades tecnológicas em relação aos óleos essenciais é a preservação de suas características físico-químicas, sensoriais e aromáticas durante o processamento e estocagem, pois alguns dos seus componentes são sensíveis ao calor e à oxidação, além de serem altamente voláteis. Além disso, os óleos essenciais podem reagir com outros ingredientes na formulação alterando suas propriedades. Também sua aplicação é limitada, pelas condições encontradas no meio, por serem insolúveis em água (MÜLLER, 2011). Com isso, se torna necessário adotar métodos que preservem estas características, além de deixar componentes nutricionais mais bio-acessíveis, sendo a microencapsulação uma alternativa (RIBEIRO, 2015).

A microencapsulação é um processo que permite que os ingredientes sensíveis sejam fisicamente aprisionados numa matriz homogênea ou heterogênea, visando a sua proteção (COSTA *et al.*, 2012). É um método pela qual gotas de líquido, partículas sólidas ou compostos gasosos são envolvidos em matrizes uniformes de um agente encapsulante, preferencialmente de grau alimentício. O material envolvido é chamado núcleo ou fase interna, ativo ou microencapsulado e o material da cobertura é conhecido por material de parede, agente encapsulante ou membrana, que tem o intuito de formar uma película, com a finalidade de proteção contra oxigênio, calor, umidade e luz (GHARSALLOUI *et al.*, 2007).

As micropartículas podem constituir de microcápsulas ou microesferas (Figura 1). As microcápsulas mononucleares são formadas por um núcleo, enquanto que as polinucleares são formadas por vários núcleos contendo o ingrediente ativo e uma parede polimérica que confina o ingrediente ativo, controla sua liberação e protege o material de efeitos nocivos. As microesferas são sistemas matriciais nos quais o

ingrediente ativo se encontra uniformemente disperso e/ou dissolvido numa rede polimérica (GAONKAR *et al.*, 2014; SILVA *et al.*, 2003).

Figura 1- Reservatório (à esquerda), Matriz (à direita)



Fonte: Elaborado pelo autor

O tipo de micropartículas é principalmente influenciado pela técnica de microencapsulação adotada (Tabela 1).

Tabela 1-Tipo e tamanho de micropartículas em função da técnica de microencapsulação adotada.

Técnica	Morfologia	Tamanho de partícula (µm)
Spray-drying	Matrix	10–400
Spray-chilling/cooling	Matrix	20–200
Emulsificação	Matrix	0.2–5.000
Coacervação	Reservatório	10–800
Co-extrusão	Reservatório	150–8.000
Aprisionamento de lisossômico	Vários	10–1.000
Liofilização	Matrix	20–5.000

Fonte: Adaptado (ZUIDAM ; NEDOVIC, 2010).

A microencapsulação além de oferecer a possibilidade de difusão controlada de ingredientes funcionais lipofílicos, tem sido utilizada por muitos pesquisadores, a fim de promover uma melhor proteção contra a oxidação lipídica, bem como uma melhor retenção dos compostos voláteis, aumentando, assim, a vida de prateleira de óleos e sabores (CHARVE; REINECCIUS, 2009; DRUSCH *et al.*, 2007; FRASCARELI *et al.*, 2012).

O material ativo pode ser liberado por vários mecanismos. Isto varia de acordo com a natureza do agente encapsulante, sendo que normalmente ocorrem devido a mecanismos como: ruptura mecânica ou térmica, difusão, alteração no pH,

biodegradação, dissolução e permeabilidade seletiva. Lembrando que a espessura do agente encapsulante da micropartícula pode ser modificada, de forma que a estabilidade e a permeabilidade sejam alteradas (FAVARO-TRINDADE; PINHO; ROCHA, 2008). A seleção da técnica e o material de parede dependem da aplicação final do produto, considerando a estrutura física, estabilidade química, a concentração necessária, tamanho de partícula, mecanismo de liberação e o custo de fabricação (MARTINS *et al.*, 2014). Existem muitos requisitos para a liberação controlada de ingredientes ativos e novos mercados serão desenvolvidos com o contínuo avanço na área de encapsulação (NEDOVIC *et al.*, 2011).

Para a indústria de alimentos, particularmente, além das questões abordadas anteriormente relacionadas à proteção e liberação, existem outros benefícios no uso de ingredientes microencapsulados (ZUIDAM; NEDOVIC, 2010):

1. Maior facilidade de movimentação do agente ativo (conversão de agente ativo líquido em pó);
2. Imobilização do agente ativo em sistema de processamento de alimentos;
3. Melhor estabilidade do produto final e durante o processamento (menor evaporação de ativo volátil);
4. Melhor segurança (reduz inflamabilidade de voláteis com o aroma);
5. Possibilidade de criar efeitos visuais e de textura;
6. Ajuste de propriedades dos componentes ativos;
7. Mascaramento de sabor e odor indesejado.

Porém, alguns aspectos negativos têm sido associados ao uso do método de microencapsulação em alimentos (Zuidam; Nedovic, 2010)

1. Custos adicionais;
2. Incremento da complexidade de processo produtivo ou cadeia de suprimentos
3. Consumidor considerar indesejável a presença das cápsulas em produtos alimentares;

Várias técnicas podem ser empregadas para a microencapsulação. A combinação entre esses agentes pode ser de natureza física, química ou físico-química, sendo divididos principalmente em:

8. **Métodos físicos:** *spray drying*, *spray cooling*, pulverização em banho térmico, leite fluidizado, extrusão centrífuga com múltiplos orifícios, co-cristalização e liofilização;
9. **Métodos químicos:** inclusão molecular e polimerização interfacial;
10. **Métodos físico-químicos:** coacervação ou separação de fases, emulsificação seguida de vaporização do solvente, pulverização em agente formador de reticulação e envolvimento lipossômico (SUAVE *et al.*, 2006).

Dentre os métodos mais comumente usados para encapsular os ingredientes alimentícios estão a extrusão, coacervação, liofilização e atomização. No entanto, atomização é o método mais comum e economicamente viável, transformando os ingredientes em pó para possíveis aplicações (CARNEIRO *et al.*, 2013; EDRIS *et al.*, 2016; FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014)

2.2 Microencapsulação por *spray drying*

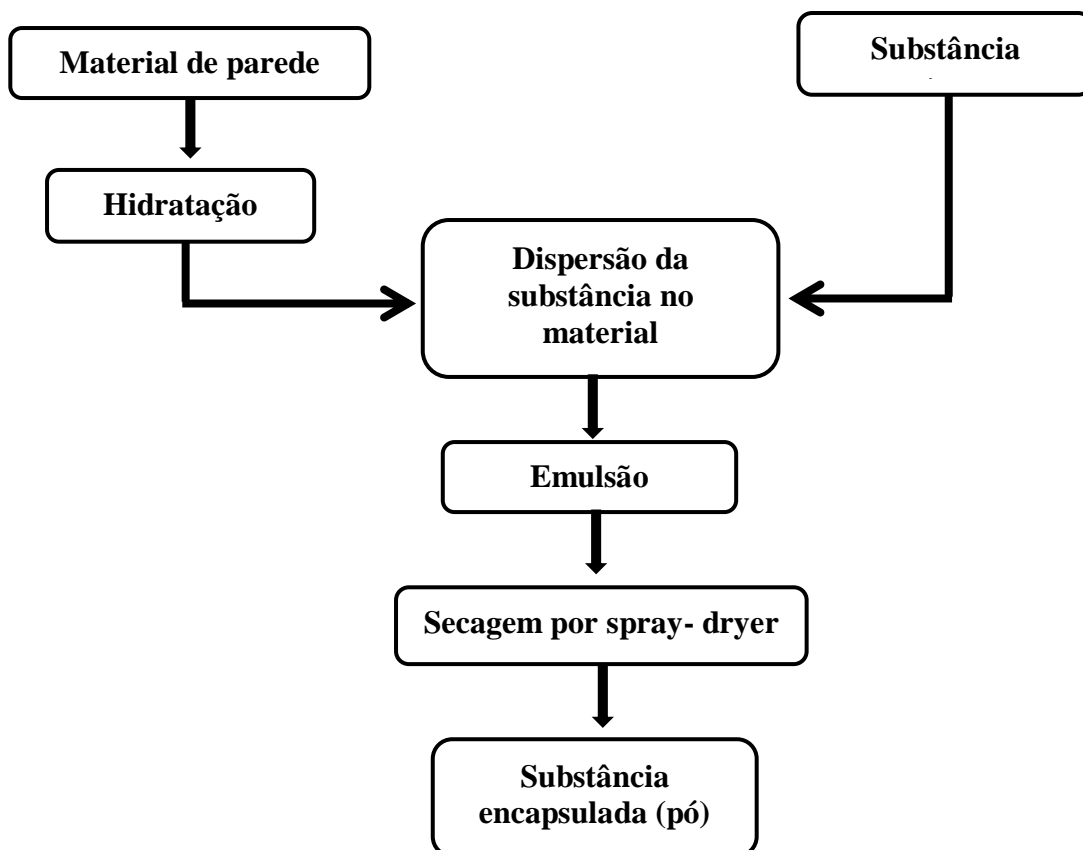
Na microencapsulação de compostos alimentícios, a secagem por atomização ou, em inglês, *spray drying*, é, sem dúvida, o método de encapsulação mais utilizado na indústria de alimentos, desde 1950, com o intuito de fornecer óleos essenciais protegidos contra degradação e oxidação, bem como convertê-los da forma líquida para a de pó (AHMED *et al.*, 2010; BOTREL *et al.*, 2012; FERNANDES, BORGES; BOTREL, 2014; GHARSALLAOUI *et al.*, 2007; HIJO *et al.*, 2015; NESTERENKO *et al.*, 2013; SINGH; DIXIT, 2014; SOUZA *et al.*, 2011;; YANG; XIAO; DING, 2009). Tem sido amplamente utilizada para encapsulação de aromas alimentícios conforme Charve e Reineccius (2009); Murúa-Pagola, Beristain-Guevara e Martínez-Busto (2009); Sultana *et al.* (2016), e, também na encapsulação de corantes naturais (SANTIAGO *et al.*, 2016; SILVA *et al.*, 2013; SOUZA *et al.*, 2014).

Esta técnica do *spray drying* vem sendo mais empregada em relação a outras técnicas como *spray cooling*, *spray chilling*, leite fluidizado, coacervação, por ser mais econômica e eficiente, possui fácil disponibilidade de equipamentos, baixos custos de processo, podendo ser utilizada para vários tipos de produtos (BOTREL *et al.*, 2012; FAVARO-TRINDADE *et al.*, 2010). Entretanto, existem algumas desvantagens dessa técnica que são a perda de uma quantidade significativa de produto (devido à adesão das micropartículas à parede do secador por pulverização), possibilidade de degradação de produtos sensíveis a altas temperaturas de secagem e a elevada formação de fibras

devido a ligações intermoleculares entre as cadeias poliméricas e à incapacidade da força de atomização em quebrar o líquido em gotas (NETESTERENKO *et al.*, 2013; SILVA *et al.*, 2003).

As etapas do processo de encapsulação por *spray-drying* estão apresentadas na Figura 2. O primeiro passo é a hidratação do material de parede, seguida da dispersão do material de recheio na solução. Caso o material de recheio seja oleoso, é desejável que uma emulsão fina e estável do material ativo na solução contendo o material de parede seja formada. A emulsão formada é então atomizada em uma câmara contendo ar quente e a evaporação do solvente, normalmente água, resulta na formação de micropartículas (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007).

Figura 2- Etapas do processo de microencapsulação por *spray-drying*



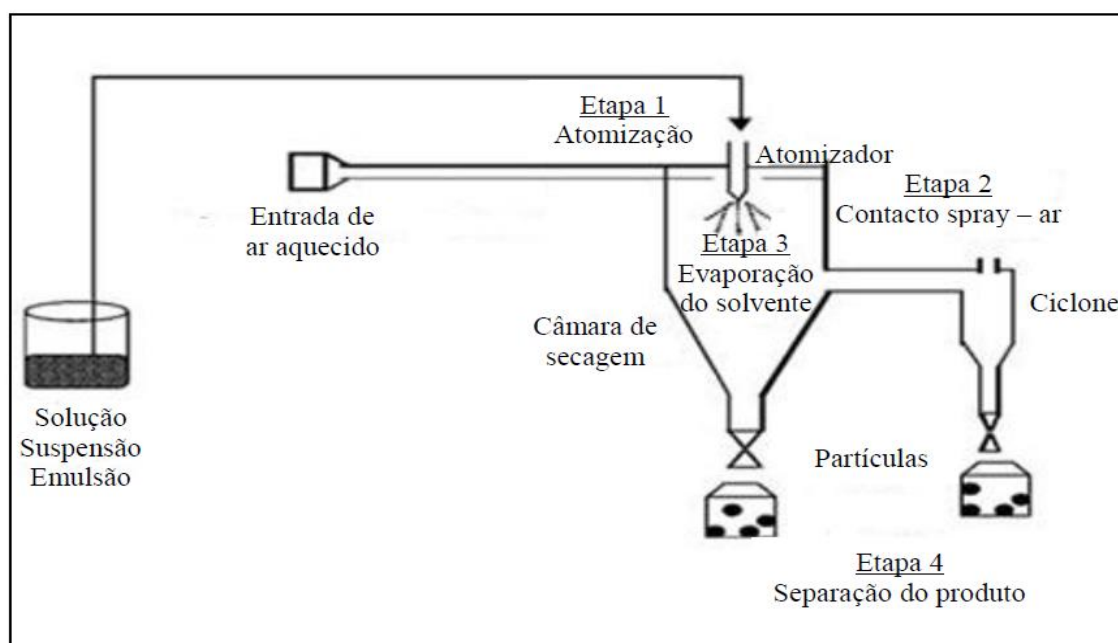
Fonte: Adaptado de Garcia (2013).

Na operação unitária, secagem propriamente dita por *spray drying*, consiste na atomização de uma emulsão, suspensão ou solução, em uma corrente de gás quente, geralmente ar ou gás inerte, onde ocorre a evaporação do solvente e o pó seco é obtido de maneira praticamente instantânea (MÜLLER, 2011). Durante o processo de secagem é formada uma película na superfície da gota e a concentração de ingredientes na gota

de secagem aumenta. Finalmente, forma-se uma partícula seca porosa (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007).

O fluido de alimentação do secador spray dryer pode ser uma solução, emulsão ou suspensão e pode produzir um pó muito fino (10-50 μm) ou partículas de tamanho maior (2-3 mm), dependendo do tipo de material atomizado e das condições de operação de atomização (Figura 3). Situações onde a viscosidade e a tensão superficial do material são altas favorecem a formação de partículas maiores. A transferência de calor ocorre devido à diferença de temperatura entre o ar de secagem e o material alimentado no spray dryer e, em sentido oposto, devido à diferença de pressão de vapor, ocorre à transferência de umidade (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007; ZUIDAM; NEDOVIC, 2010).

Figura 3- Esquematização das principais etapas envolvidas no processo de microencapsulação por *spray drying*



Fonte: Adaptado de Ré (2006)

De acordo com Jafari *et al.* (2008), a eficiência de encapsulação de um material é influenciada pelas propriedades dos materiais de revestimento ou do recheio, bem como pelas características da emulsão e parâmetros de secagem (temperatura do ar de entrada, tipo de bico atomizador, vazão da alimentação e características do material de recheio, entre outros). Quanto às características relativas ao fluido atomizado, especial atenção é dada à viscosidade, à solubilidade e à estabilidade da solução/suspensão/emulsão formada (FRASCARELI *et al.*, 2012).

Na encapsulação de aromas por *spray drying*, a relação típica entre o agente encapsulante e o material encapsulado é de 4:1. A alta relação área de superfície/volume das partículas promove uma rápida evaporação da água. Com isso, o tempo de exposição das partículas ao calor é curto (geralmente poucos segundos), e a temperatura do núcleo não ultrapassa os 100°C, o que reduz a ocorrência de alterações indesejáveis em compostos termossensíveis, aumentando a retenção dos voláteis (AZEREDO, 2005).

Diferentes tipos de agentes encapsulantes têm sido utilizados para secagem por pulverização, incluindo polissacarídeos (amidos, maltodextrinas, xaropes de milho e goma arábica), lípideos (ácido esteárico, mono e diglicéridos) e proteínas (gelatina, caseína, soro de leite, soja e trigo) (SAENZ *et al.*, 2009).

2.3 Agentes encapsulantes

Muitas substâncias de diferentes tipos, origens e propriedades podem ser usadas para revestir ou encapsular sólidos, líquidos ou gases. No entanto, os regulamentos para aditivos alimentares são mais rígidos do que para produtos farmacêuticos ou cosméticos. Diferentes compostos, amplamente aceitos para encapsulamento de fármacos, não foram aprovados para utilização na indústria de alimentos, uma vez que muitas destas substâncias não foram ainda certificadas como materiais "geralmente reconhecidos como seguros" (GRAS). Na verdade, todo o processo alimentar deve ser concebido de forma a satisfazer os requisitos de segurança de agências governamentais, tais como a Autoridade Europeia para a Segurança dos Alimentos (EFSA) ou Food and Drug Administration (FDA) nos EUA (ZUIDAM; NEDOVIC, 2010).

A composição do agente encapsulante é determinante para as características das microcápsulas (SUAVE *et al.*, 2006). Segundo Santos, Ferreira e Grosso (2000) o encapsulante ideal deve apresentar as seguintes características: ser de fácil manipulação durante o processo; possuir baixa higroscopicidade para facilitar a manipulação e evitar aglomeração; não ser reativo com o material a ser encapsulado; ter capacidade de selar e segurar o material ativo dentro da estrutura da cápsula; ter boas propriedades reológicas em concentração elevada, habilidade de se trabalhar durante o encapsulamento; capacidade de dispersar ou emulsificar o material ativo estabilizando a emulsão produzida; liberar completamente o solvente ou outros materiais utilizados durante o processo de encapsulação; proporcionar máxima proteção ao material ativo contra

condições adversas, tais como luz, pH, oxigênio e ingredientes reativos; ser solúvel em solventes comumente usados na indústria de alimentos (por exemplo, água e etanol); ter condições de liberar o aroma quando reconstituído no produto final; não apresentar sabor desagradável no caso de consumo oral; promover boa proteção para o aroma ou óleo encapsulado e ser econômico (DESAI ; PARK, 2005; RÉ, 1998; SHAHIDI ; HAN, 1993; ZUIDAM ; NEDOVIC, 2010).

Dentre as características comentadas anteriormente, os critérios mais importantes para a seleção de um material de encapsulação são a funcionalidade que o encapsulado deve proporcionar ao produto final, restrições potenciais para o material de revestimento, concentração de encapsulados, tipo de liberação, requisitos de estabilidade e restrições de custos. Os materiais utilizados para a concepção do invólucro, ou seja, protetor dos encapsulados devem ser de qualidade alimentar, biodegradáveis e capazes de formar uma barreira entre a fase interna e os seus arredores (NEDOVIC *et al.*,2011). Além desses critérios, o material de parede deve ser compatível com a técnica de secagem a ser utilizada na obtenção das microcápsulas (BARBOSA, 2009).

Os materiais de paredes disponíveis muitas vezes não englobam todas as características e critérios necessários, porém utilizam-se combinações de agentes encapsulantes ou modificados, o que requer do especialista em encapsulação um alto grau de conhecimento (ESTEVINHO *et al.*,2013; TERIET JUNIOR, 2012).

A maioria dos materiais utilizados para encapsulamento no setor alimentícios são biomoléculas. Entre todos os materiais, o mais utilizado para encapsulamento em aplicações alimentares são os polissacarídeos. Amido e seus derivados - amilose, amilopectina, dextrinas, maltodextrinas, polidextrose, xaropes e celulose e seus derivados são comumente utilizados. Exsudatos e extratos de plantas - goma arábica, goma tragacanto, goma karaya, goma de mesquite, galactomananos, pectinas e polissacarídeos de soja são também solúveis. Posteriormente, extratos marinhos como carragenanas e alginato também estão presentes em alimentos. Também são explorados polissacarídeos microbianos e animais tais como dextrana, quitosana, xantana e gellana. Para além dos polissacarídeos naturais e modificados, as proteínas e os lipídeos são também apropriados para a encapsulação (AGUIAR; ESTEVINHO; SANTOS, 2016; DESAI; PARK, 2005; FANG; BHANDARI, 2010; NEDOVIC *et al.*,2011).

As gomas naturais, provenientes dos exsudatos e sementes de plantas, nos últimos tempos, vêm sendo muito utilizadas como agente encapsulante (RODRIGUES, 2004; SOUZA *et al.*, 2015).

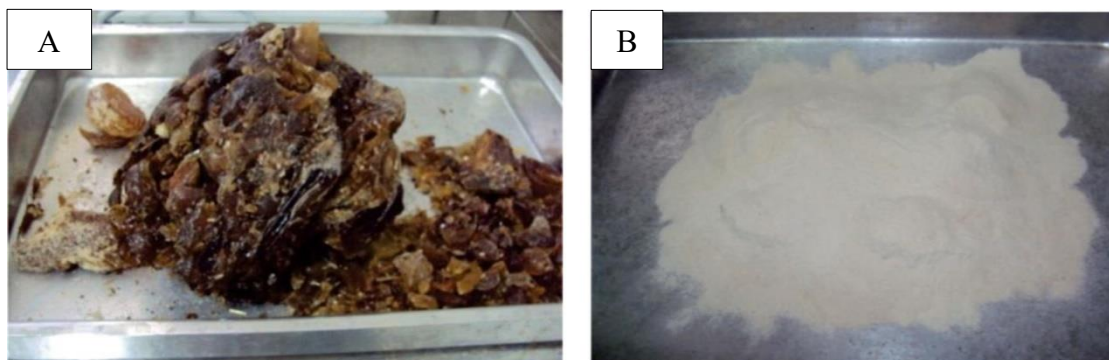
2.3.1 Goma de Cajueiro

As gomas exsudadas são polissacarídeos produzidos pelas células epiteliais de plantas quando o córtex é agredido por injúrias físicas ou ataque microbiano. A produção do exsudado gomoso é um mecanismo de defesa destas plantas que crescem em áreas semiáridas (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2011). Algumas pesquisas reportam a possibilidade do uso da goma de cajueiro em vários setores, porém, sua aplicação em meio industrial ainda não foi estabelecida (ANDRADE *et al.*, 2013).

A goma de cajueiro é um exsudato extraído da *A. occidentale* (Figura 4). O cajueiro é uma árvore rústica que pode crescer até 12 metros de altura e pode ser facilmente encontrada em países tropicais como o Brasil, principalmente nas regiões do norte e nordeste, como Piauí, Ceará e Rio Grande do Norte, sendo de grande importância econômica, gerando emprego, renda e impostos, em decorrência dos produtos industrializados oriundos do seu fruto e pseudofruto (SANCHO *et al.*, 2007). Foi espalhado por diversas regiões da África e Ásia devido ao seu valor alimentício e medicinal, bem como a fácil adaptação em solos com poucos nutrientes (RIBEIRO *et al.*, 2016). Da castanha (fruto) e do pedúnculo (pseudofruto) são obtidos inúmeros derivados, dentre os quais, destacam-se: amêndoas, refrigerantes, sucos, doces, néctares, polpas e líquido da castanha (LCC) (AGUIAR *et al.*, 2000).

O principal produto do cajueiro é a castanha, mas existe potencial para a exploração da goma exsudada do cajueiro (DE PAULA; HEATLEY; BUDD 1998). O desenvolvimento de novos materiais a base da goma do cajueiro é vantajoso, além de possibilitar a obtenção de um produto à base de matéria prima regional com menor custo/benefício e também como uma alternativa para agregar valor à cajucultura (SILVA *et al.*, 2013b), sendo inclusive uma forma de aproveitamento dos cajueiros improdutivos em fase de declínio e senescência (SOUZA, 2010).

Figura 4- Exsudato do cajueiro (A) e polissacarídeo isolado (B) da goma de cajueiro *Anacardium occidentale* L.

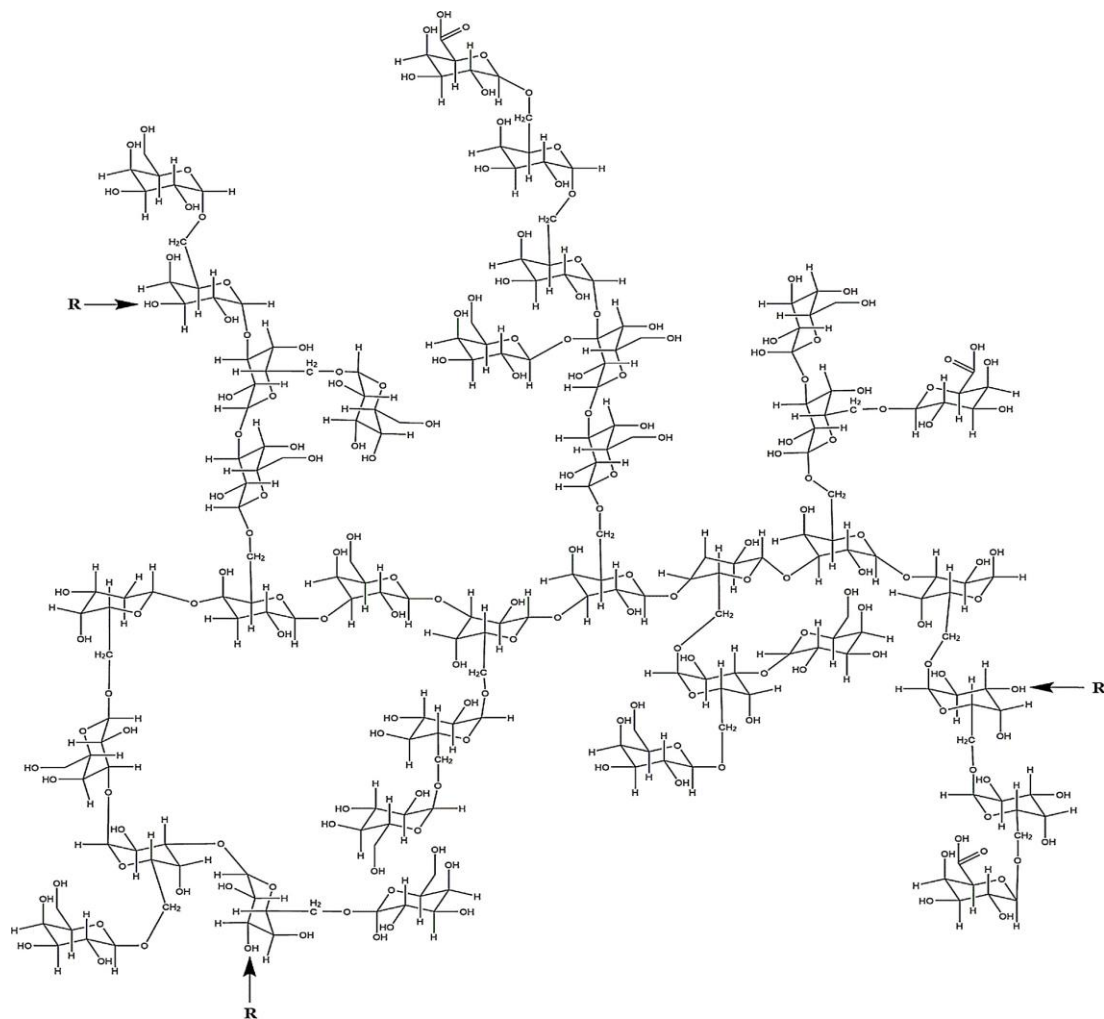


Fonte: Elaborada por Furtado *et al.*(2013).

A goma de cajueiro é um heteropolissacarídeo ácido ramificado constituído por uma cadeia principal de β -D-galactose (1 \rightarrow 3) associada a cadeias laterais de galactose e glicose (PITOMBEIRA *et al.*, 2015) . A caracterização do polissacarídeo exsudato de *Anacardium occidentale* foi realizada por De Paula, Heatley e Budd (1998): 72% galactose, 14% glicose, 4,6% arabinose, 3,2% ramnose e 4,7% ácido glucurônico. No entanto, a proporção de monossacarídeos na goma de cajueiro varia, dependendo da fonte, idade da árvore, tempo de exudação e condições climáticas (CAMPOS *et al.*, 2012). A goma de cajueiro é um biopolímero com compostos anfifílicos, tem aproximadamente 6% de complexo polissacarídeo-proteína, sugerindo que provavelmente o mesmo complexo está presente na goma arábica (DE PAULA; RODRIGUES, 1995).

A Figura 5 mostra uma representação esquemática da estrutura da goma de cajueiro. A goma do cajueiro possui propriedades semelhantes a da goma arábica e tem sido mencionada como uma possível alternativa para substituir a goma arábica na indústria alimentícia, como espessante e estabilizante (PORTO; CRISTIANINI, 2014).

Figura 5- Fragmento estrutural da goma de caju não modificada. R representa cadeias de d-manose, l-ramnose, 1-arabinose ou arabinose ligada a 1, 2.



Fonte: Elaborada por Ribeiro *et al.*, (2016).

A goma do cajueiro também vem sendo utilizada na preparação de nanopartículas e micropartículas para diversos fins, como encapsulamento de fármacos, princípios ativos, óleo de peixe, óleos essenciais e corantes naturais (ABREU *et al.*,2012; BOTREL *et al.*,2017; FERNANDES *et al.*,2016; MAGALHÃES Jr *et al.*, 2009; MENDES, 2012; OLIVEIRA, PAULA; DE PAULA, 2014).

O interesse tecnológico da goma de cajueiro está relacionado às suas características reológicas e biodegradabilidade (MCNAMEE, O'RIORDAN; O'SULLIVAN, 2001) bem como as características físico- químicas (ANDRADE *et al.*, 2013), podendo ser utilizada como emulsificante, estabilizantes e encapsulantes.

2.3.2 Galactomanana

Os polissacarídeos de sementes são uma das categorias mais importantes de gomas vegetais utilizadas na indústria de alimentos, pois desempenham papéis importantes no processamento de alimentos, assim como na melhoria da textura dos produtos alimentares. Os polissacarídeos em sementes de plantas ocorrem principalmente em três formas: como os polissacarídeos não amiláceo de parede celular de endospermas (por exemplo, guar, locust bean, etc.), como mucilagens nas cascas de semente (por exemplo, sementes de linhaça e mostarda amarela, etc.), e como materiais de paredes celulares de cotilédones de sementes (por exemplo, a xiloglucana de tamarindo). As composições químicas, estruturas finas e as propriedades físicas e funcionais desses polissacarídeos podem variar significativamente conforme a fonte obtida, ou seja, das sementes das plantas e com fatores ambientais os quais as plantas são expostas durante o desenvolvimento, assim como o método de extração (PRAJAPATI *et al.*, 2013).

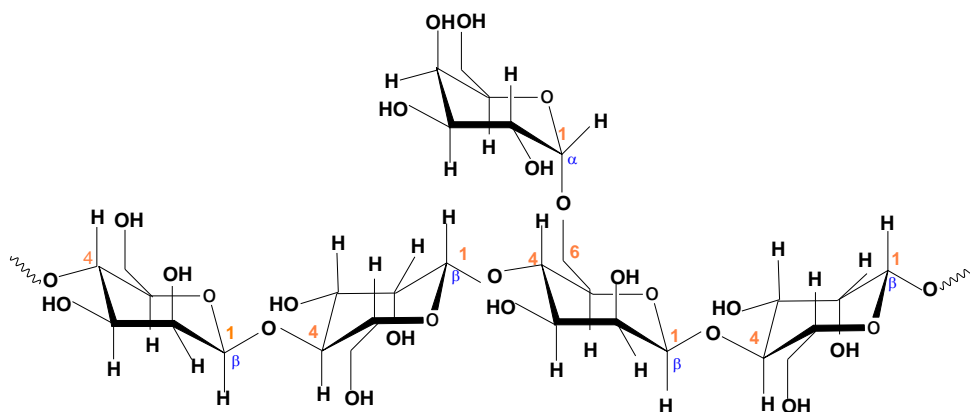
Os polissacarídeos de sementes podem ser divididos em de reservas ou estruturais. Os de reservas são os mais utilizados industrialmente. Esses polissacarídeos incluem galactomananas, xiloglucanas, glucanas e mananas, mas as duas primeiras destacam-se em aplicações industriais (CUNHA; PAULA; FEITOSA, 2009).

A galactomanana tem sido objetivo de estudos por serem aplicadas em diversas áreas industriais. Estas aplicações são decorrentes das propriedades reológicas de soluções aquosas, formando soluções de alta viscosidade em baixas concentrações, sendo por isso, empregada como espessantes, estabilizantes, encapsuladoras e além do mais, não sendo digeríveis, contribuindo para o aumento do teor de fibras em alimentos (SOARES, 2009). Estas propriedades funcionais são conduzidas pelo comportamento reológico das galactomananas numa fase aquosa e também por ligação intermolecular em certas condições. As moléculas de galactomanana hidratadas ocupam um grande volume hidrodinâmico em solução aquosa e controlam o comportamento reológico de toda a solução, além de, em baixas concentrações, produzirem soluções viscosas (PRAJAPATI *et al.*, 2013).

As galactomananas são polissacarídeos neutros, compostos por uma cadeia linear de resíduos de D-manose unidas por ligações glicosídicas β (1 \rightarrow 4), à qual resíduos de D-galactose estão unidos por ligações do tipo α (1 \rightarrow 6). As galactomananas

são facilmente encontradas em endosperma de sementes de leguminosas e são consideradas comercialmente importantes por sua utilização principalmente como espessantes e agentes de estabilização (BENTO *et al.*, 2013; BURITI *et al.*, 2014; CERQUEIRA *et al.*, 2011; JIAN *et al.*, 2014), por serem hidrocolóides não tóxicos e não poluírem ambiente durante a sua produção e aplicação (JIANG *et al.*, 2011; PINHEIRO *et al.*, 2011). A Figura 6 representa a estrutura da galactomanana.

Figura 6- Estrutura da galactomanana com unidades de D-manose em ligação β - $(1\rightarrow4)$ e unidades de D-galactose em ligação α - $(1\rightarrow6)$.



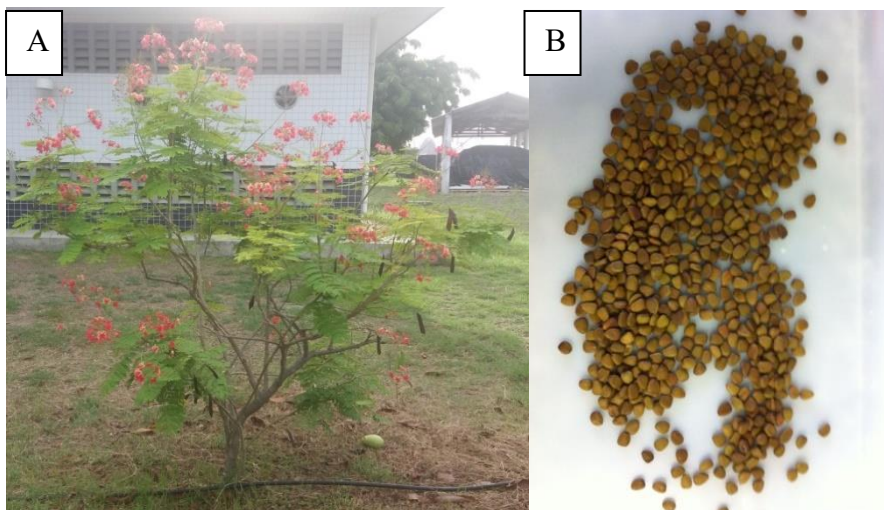
Fonte: Elaborada pelo autor.

As estruturas poliméricas das galactomananas são principalmente influenciadas pelo peso molecular, relação manose / galactose (M / G) e distribuição de unidades de galactose sobre a cadeia principal de manose, o que difere uma galactomanana da outra e causa variações reológicas e na solubilidade como também nas aplicações tecnológicas dos polissacarídeos (AZERO; ANDRADE, 1999; JIAN *et al.*, 2011; PINHEIRO *et al.*, 2011). Razão de D-manose/D-galactose e M/G = 3,1 da para *Caesalpinia pulcherrima* (AZERO; ANDRADE, 1999). É importante ressaltar que esta relação de D-manose/D-galactose pode variar dentro da mesma espécie, por conta do estágio de maturação da semente. Por ser uma planta deiscente, as vezes precisam ser colhidas antes de se abrirem o que provoca esta diferencia do grau de maturação.

Caesalpinia pulcherrima é uma árvore de pequeno porte que pode atingir 3 ou 4 metros de altura na fase adulta (Figura 7). Pertencente a família *Leguminosae-Caesapiniodeae*, é conhecida popularmente como: flamboianzinho, flamboiant-mirim, flor-de-pavão, orgulho-de-barbados, flor-do-paraíso, chagueira,

barba de barata ou brado de estudante (BRAGA, 2001). É uma planta da família *Leguminosae*, encontrada na Região costeira do Nordeste do Brasil e em várias regiões do mundo onde é utilizada como planta ornamental. É uma fonte não tradicional de galactomananas, mas que está sendo estudada em alimentos e outras aplicações por ser um arbusto fácil de plantar e crescer, além de produzir uma grande quantidade de sementes sendo, portanto uma alternativa barata para se extrair galactomanana (BRAGA *et al.*, 2011; CERQUEIRA *et al.*, 2009, 2011).

Figura 7- Arbusto (A) e Sementes (B) da *Caesalpinia Pulcherrima*.



Fonte: Elaborado pelo autor

Em virtude do alto teor de galactomanana na semente, este pode ter um grande potencial de aplicação na indústria de alimentos, como hidrocolóide, modificador de textura e fonte de fibra dietética, uma vez que a galactomanana da semente de *C. pulcherrima* apresenta alta viscosidade em solução mesmo a baixas concentrações. Por esta planta, ser bem adaptada as regiões semi-áridas, como a Caatinga, principal bioma do Nordeste, esta poderá ser uma oportunidade de evolução econômica e social para esta região (BURITI *et al.*, 2014).

O endosperma dessas sementes foi bastante estudado, identificado e caracterizado (BRAGA, 2006), sendo considerado de suma importância tanto na área da indústria como na medicina, agronomia e farmacologia em geral, por apresentar

evidências da presença de princípios farmacêuticos ativos (ISLAM *et al.*,2003), o que desperta muito interesse de pesquisadores.

Na área farmacológica várias atividades da planta *Caesalpinia pulcherrima* foram relatadas como analgésicos e anti-inflamatórios (PATEL *et al.*, 2010; YODSAOUE *et al.*,2011), anti-úlceras (SHARMA; RAJANI, 2011), antimicrobianos (DAS *et al.*, 2010). Segundo Sudhakar *et al.* (2006) ao estudarem os extratos das sementes de *Caesalpinia pulcherrima* observaram atividade antimicrobiana contra *Escherichia coli*, *Proteus vulgaris*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Staphylococcus aureus* e também atividade antifúngica contra *Candida albicans*, *Aspergillus niger* e *Rhizopus oligosporus*.

A galactomanana obtida da semente *Caesalpinia pulcherrima* é um produto natural e biodegradável, apresentando várias vantagens como: não tóxico e resistente ao suco gástrico e enzimas pancreáticas, por isso, sendo considerada uma alternativa como fonte de fibra. Além disso, não é irritante para a membrana de mucosa formando uma forte ligação não covalente com as superfícies de mucina-células epiteliais (IGE; AGRAWAL; PATIL, 2015).

2.4 Modificação química das gomas

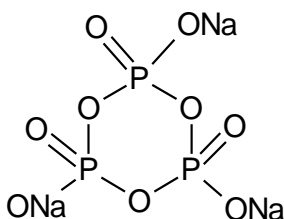
Os polissacarídeos naturais ou gomas podem ser modificados quimicamente no intuito de obter novas e desejáveis propriedades físico-químicas. Às vezes, a modificação pode ser feita em etapas, dando um leque de novos produtos com propriedades bastante diferentes das do material original. É possível, inclusive, dar a um polissacarídeo as propriedades de outro, permitindo a substituição de uma goma de alto preço por uma goma modificada de preço menor (MATOS, 2000).

As modificações químicas ocorrem a partir de processos como oxidação, esterificação e reticulação. A reticulação é utilizada na modificação de polissacarídeos naturais em que polímeros lineares ou ramificados são interligados por ligações covalentes, formando polímeros tridimensionais de alta massa molecular.

Agentes de reticulação como epiclodrina, vinilsulfona, os disotiocianatos e vários diepóxidos e diolefinas e o trimetafosfato de sódio, em geral, podem ser aplicados para qualquer polissacarídeo (MATOS, 2000). O trimetafosfato de sódio (Figura 8) foi bem relatado como sendo um agente reticulante efetivo para gomas

(KASEMSUWAN *et al.*, 1998; MUHAMMAD *et al.*, 2000; WOO; SEIB, 1997). O trimetafosfato de sódio é um sal de baixa toxicidade não ocasionando efeito adverso em humanos. Nos Estados Unidos, este agente pode ser usado legalmente na reticulação de gomas de grau alimentício. Outro fator interessante deste reticulante está no fato do mesmo não reagir com grupos carboxílicos das gomas, o que os deixa livres para outras possíveis modificações (DULONG *et al.*, 2004).

Figura 8- Molécula de trimetafosfato de sódio.



Li *et al.* (2009) destacam a utilização do trimetafosfato de sódio no estudo com micropartículas e sugerem ele ser potencialmente útil para o aprisionamento de ingredientes alimentares, especialmente ingredientes catiônicos.

A goma arábica modificada com trimetafosfato de sódio tem baixa solubilidade em água. Essas características são importantes para aplicações como o encapsulamento de bioativos onde substâncias devem ser mantidas dentro das cápsulas e ser liberado em determinadas condições de pH, temperatura ou lentamente em condições naturais. Isso pode ser verificado quando goma arábica foi modificada com 6% de trimetafosfato de sódio, a qual apresentou características de viscosidade desejável, propriedades de intumescimento e distribuição de tamanho de partículas que resultou em um encapsulamento eficiente de do óleo essencial de *C. citratus* (RIBEIRO *et al.*, 2015).

2.5 Óleos Essenciais

Na natureza, os óleos essenciais desempenham um papel importante na proteção das plantas como agentes antibacterianos, antivirais, antifúngicos, inseticidas assim como herbívoros. Eles também são usados pelas plantas para atrair alguns insetos que favorecem a dispersão de pólen e sementes (MONTES; SANTANA NETA; CRUZ, 2013).

De acordo com a ISO 9235:1997, óleos essenciais são produtos obtidos a partir da matéria prima natural de origem vegetal, por meio de destilação por arraste a vapor d'água, ou por processos mecânicos, no caso do pericarpo de frutos cítricos, que podem apresentar isoladamente ou misturados entre si, retificados ou concentrados. Entende-se por retificados, os produtos que tenham sido submetidos ao processo de destilação fracionada para concentrar determinados componentes (BRASIL, 1999; SANTURIO, 2011).

Os óleos essenciais são considerados como compostos secundários, da espécie vegetal, que não são utilizados diretamente na sua alimentação e nutrição. Dentre os compostos secundários mais estudados estão os alcalóides, os flavonóides, as saponinas e os óleos essenciais. Tais compostos são normalmente extraídos por meio de vapor ou hidro-destilação, sendo esta técnica a primeira desenvolvida na Idade Média pelos árabes (BARBOSA, 2010; MONTES, SANTANA NETA; CRUZ, 2013; WOLFFENBÜTTEL, 2007). Estes óleos são líquidos, voláteis, límpidos e raramente coloridos, lipossolúveis e solúveis em solventes orgânicos, com uma densidade geralmente mais baixa que a da água. São conhecidos pela fragrância e propriedades fortes, pela sua atividade antisséptica, ou seja, bactericida, fungicida, antivirais e medicinais, pode ser utilizado como antimicrobianos na conservação de alimentos, analgésicos, sedativos e anti-inflamatórios (AQUINO *et al.*, 2010; MONTES; SANTANA NETA; CRUZ, 2013). Há óleos que possuem ação farmacológica podendo ser usados como um fitoterápico (HERRAIZ- PENALVER *et al.*, 2013)

A produção de óleos essenciais é muitas vezes influenciada por fatores internos e externos à planta que vão condicionar não só o tipo de compostos voláteis a serem produzidos mas também as quantidades em que estes se encontram, resultando em uma grande variabilidade química dentro da mesma espécie. Os fatores responsáveis pela variabilidade química das plantas aromáticas têm diversas naturezas, podendo-se classificar como intrínsecos, que dependem da genética e fisiologia da

planta; ou extrínsecos, fatores como condições ambientais e de colheita (FIGUEREIDO; PEDRO; BARROSO, 2014).

Na indústria de alimentos tem aumentado a procura por novas substâncias naturais e técnicas de preservação dos alimentos. Em virtude da percepção negativa do público de alimentos industrialmente sintetizados, a adição de óleos essenciais torna-se um potencial sistema de bioconservação, haja vista a capacidade antimicrobiana, antioxidante, antifúngica, dentre outras, capazes de prolongar a vida de prateleira dos alimentos (CALO *et al.*, 2015; FALEIRO, 2011; FRATIANNI *et al.*, 2010). Com isso, o desenvolvimento de estudos que tenham como objetivo investigar a possibilidade de utilização desses produtos, como também avaliar sua composição, é de total importância para viabilizar o uso mais amplo dos óleos essenciais.

Óleos essenciais são de grande interesse para a indústria de um modo geral, visto que possuem uma grande aplicabilidade, sendo utilizados para perfumar formulações, na conservação de produtos, diante de sua atividade antioxidante e antimicrobiana (BOROSKI *et al.*, 2012).

Existem várias formas de aplicação dos óleos essenciais em alimentos, nas quais, podem ser empregados junto à massa alimentar durante o processamento ou incorporados aos revestimentos e filmes comestíveis para posterior aplicação. Busca-se assim inovar a ciência de alimentos e beneficiar os produtores e consumidores dos diferentes segmentos alimentares, inclusive adotando a microencapsulação (DURANGO; SOARES; ARTEAGA, 2011; TRAJANO *et al.*, 2010).

Em geral, os óleos essenciais na presença de oxigênio, luz, calor, umidade e metais são muito instáveis, sofrendo inúmeras reações de degradação, o que dificulta a sua conservação, fazendo com que o seu processo de armazenamento seja fundamental para a manutenção de sua qualidade (GUIMARÃES *et al.*, 2008). Daí deriva-se a importância de utilizar tecnologia de encapsulamento com o intuito de melhorar a estabilidade, proteger e reter os componentes ativos presentes nos óleos essenciais.

2.5.1 Óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis* L.)

Rosmarinus officinalis L. (alecrim) é uma planta aromática pertencente à família Lamiaceae, cultivada em varias partes do mundo, sendo nativo da região do

Mediterrâneo e Portugal (BEGUM, *et al.*, 2013; JUSTO *et al.* 2008). *R. officinalis* é uma espécie xeromórfica que cresce espontaneamente na areia, falésias e lugares pedregosos, perto do mar, em diferentes partes do mundo, como Europa, África e Ásia e atualmente é cultivado em quase todo o território brasileiro (MIRALDI *et al.*, 2010; TAKAYAMA *et al.*,2016).

É uma planta que possui porte subarbustivo lenhoso, ereto e pouco ramificado de até 1,5 m de altura. Folhas são lineares, coriáceas e muito aromáticas, medindo 1,5 a 4 cm de comprimento por 1 a 3mm de espessura, são pequenas e de aromas forte e muito agradável. Apresentam três variedades (prata, ouro e da listra verde) sendo a variedade verde a mais utilizada pelas suas propriedades medicinais como mostra a Figura 9 (BEGUM, *et al.*, 2013; LORENZI; MATOS, 2006). O óleo essencial de alecrim geralmente é obtido das folhas da planta e sua cor varia de incolor a amarelo pálido, com odor bastante característico (GENEMA *et al.*, 2008).

Figura 9- Planta de *Rosmarinus officinalis* L. (alecrim)



Fonte: Ali *et al.* (2015)

Rosmarinus officinalis L. (alecrim) é uma planta interessante e muito utilizada na especiaria, como agente aromatizante, antioxidante natural e conservante natural por apresentar na sua composição química, compostos bioativos que trazem benefícios à saúde humana. Dois grupos de compostos são os principais responsáveis pela biológica atividade da planta: a fração volátil e os componentes fenólicos. Os

compostos fenólicos presentes podem ser classificados em três grupos: diterpenos fenólicos, flavonóides e ácidosfenólicos (BABOVIC *et al.*, 2010; TEIXEIRA *et al.*, 2013). A composição química do óleo essencial de alecrim encontrada por Barreto *et al.* (2014) foi de : α -Thujene, α -Pinene, Camphene, β -Pinene, 1,8-Cineole, D-Limonene, Camphor, Caryophyllene.

Variações significativas na composição química dos óleos essenciais de alecrim têm sido relatadas em relação à sua origem geográfica (GUILLEN; CABO; BURILLO, 1996; OJEDA-SANA *et al.*, 2013). Além disso, as variações nas propriedades antioxidante e antimicrobiana dos óleos essenciais de alecrim estão relacionadas às condições regionais, ambientais e agronômicas, o tempo de colheita, o estágio de desenvolvimento das plantas, o método de extração e das metodologias utilizadas para avaliar suas atividades biológicas (OKOH; SADIMENKO; AFOLAYAN, 2010; ZAOUALI; BOUZAINE; BOUSSAID, 2010).

O óleo essencial de alecrim apresenta vários efeitos, dentre esses, os mais conhecidos são os seus efeitos antioxidantes (VALGIMIGLI, 2012), antimicrobianos (ISSABEAGLOO *et al.*, 2012), aromateráutica e atividades anticancerígenas (TURASAN; SAHIN; SUMNU, 2015).

Alguns autores afirmam que a atividade antimicrobiana do óleo essencial de alecrim está relacionada com os componentes voláteis presentes, como 1,8-cineole, cânfora, eugenol e α -pinene (OJEDA-SANA *et al.*, 2013; TEIXEIRA *et al.*, 2013). Porém alguns autores observaram que a atividade antimicrobiana do óleo essencial de alecrim foram superiores ao α -pineno e 1,8-cineol. No entanto, é bastante difícil atribuir o efeito antimicrobiano para um ou alguns princípios ativos, porque sempre contêm uma mistura de diferentes compostos químicos, concluindo que a atividade antimicrobiana deste óleo essencial é pelo efeito sinérgico de sua composição (JIANG *et al.*, 2011b).

Diversas pesquisas têm mostrado a atividade antimicrobiana do óleo essencial de alecrim frente a diversos microrganismos (OJEDA-SANA *et al.*, 2013; RADAELLI *et al.*, 2016; TEIXEIRA *et al.*, 2013; VILELA *et al.*, 2016), principalmente patógenos presentes nos alimentos, como a *Escherichia coli*, *Listeria monocytogenes* e *Salmonella Enteritidis* (BARBOSA *et al.*, 2016) *Staphylococcus aureus*, *Bacillus cereus*, *Bacillus subtilis*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Escherichia coli* (HUSSAIN *et al.*, 2010).

O óleo essencial de alecrim é mais efetivo contra bactérias gram-positivas que nas bactérias negativas, este fato, pode estar relacionado com a complexidade da

célula, ou seja, da composição da membrana (HUSSAIN *et al.*, 2010 ; PESAVENTO *et al.*, 2015). A parede celular das bactérias gram-negativas é constituída essencialmente de um lipopolissacarídeo que bloqueia a penetração de óleo e evita o acúmulo de óleos essenciais na membrana de células alvo, conferindo uma maior resistência a essas bactérias. Por outro lado, os ácidos lipoteicóicos e a extremidade lipofílica da membrana celular da bactéria Gram positiva podem facilitar a penetração de compostos hidrofóbicos (DENYER; MAILLARD, 2002).

Muitas aplicações na área de alimentos têm sido descritas para o óleo de alecrim, além da atividade antimicrobiana e antioxidante, tais como a sua utilização como conservante de alimentos para matrizes diferentes de carne (carne de porco, carne bovina, de cordeiro e aves), peixe e alimentos processados (HERNÁNDEZ *et al.*, 2016).

O óleo essencial de alecrim pode ser adicionado diretamente no alimento ou incorporado em embalagens de alimentos, atuando como antimicrobiana e agente antioxidante, porém devido à sua elevada volatilidade e a sua susceptibilidade contra os efeitos ambientais, óleo essencial de alecrim necessita de mais ações de proteção, com o intuito de aumentar a sua absorção e biodisponibilidade, surgindo assim, a técnica de encapsulamento mais eficiente em preservá-lo (KUANG; OLIVEIRA ; CREAN, 2010; TURASAN; SAHIN; SUMNU, 2015). Além disso, o extrato e o óleo essencial de alecrim é geralmente reconhecido como seguro para uso como aditivo, dentro do significado da seção 409 da Lei de Alimentos and Drugs Administration (FDA, 2015a; FDA, 2015b) e de acordo ao / 67 / UE e da Comissão Directiva 2010 2010/69 / UE, respectivamente.

As várias atividades interessantes do óleo essencial de alecrim justificam o desenvolvimento de produtos e sua aplicação, variando de conservantes na indústria de alimentos segundo Hamre, Kolas e Sandnes (2010) e Teixeira *et al.*(2013), a cosméticos (LEE *et al.*, 2011) e nutracêuticos (NIETO *et al.*, 2010).

2 REFERÊNCIAS

ABREU, F., OLIVEIRA, E. F., PAULA, H. C. B., DE PAULA, R. C. M. Chitosan/cashewgum nanogels for essential oil encapsulation. **Carbohydrate Polymers**, v.89,p.1277–1282,2012

AGUIAR, M. de J.N.; SOUSA NETO, N.C. de; BRAGA, C.C.; BRITO, J.I.B. de; SILVA, E.D.V.; SILVA, F.B.R.; BURGOS, N.; VAREJÃO-SILVA, M.A.; COSTA, C.A.R. da. **Zoneamento pedoclimático para a cultura do cajueiro (*Anacardium occidentale L.*) no Nordeste do Brasil e Norte de Minas Gerais**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical / Recife: Embrapa-CNPS-ERP-NE, 2000.

AGUIAR, J.; ESTEVINHO,B.N.; SANTOS,L. Microencapsulation of natural antioxidants for food application – The specific case of coffee antioxidants – A review. **Trends in Food Science & Technology**, p.21-39,2016

AHMED, M.; AKTER, M.S.; LEE, J-CHEOL.; EUN, J-BANG. Encapsulation by spray drying of bioactive components, physicochemical and morphological properties from purple sweet potato. **Food Science and Technology**, v. 43, p. 1307-1312, 2010.

ANDRADE,K.C.S.,CARVALHO,C.W.P.,TAKEITI,C.Y.,AZEREDO,H.M.C.,CORRÊ A,J.S.,CALDAS,C.M.. Goma de Cajueiro (*Anacardium occidentale*): Avaliação das Modificações Químicas e Físicas por Extrusão Termoplástica. **Polímeros**, v. 23, p. 667-671, 2013.

AQUINO, L.C.L.; SANTOS, G.G.; TRINDADE, R.C.; ALVES, J.A.B.; SANTOS, P.O.; CARVALHO, L.M.; ALVES, P.B.; BLANK, A.F. Atividade antimicrobiana dos óleos essenciais de erva-cideira e manjericão frente a bactérias de carnes bovinas. **Revista Alimentação e Nutrição**, v.4, p.529-535, 2010.

AZEREDO, H.M.C.Encapsulação:Aplicação à tecnologia de Alimentos. **Alimentos e Nutrição**, v. 16, p. 89-97, 2005.

AZERO, E. G.; ANDRADE, C. T. Extração e caracterização da Galactomanana de sementes de *Caesalpinia pulcherrima*.**Revista Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 9, , p. 54-59, 1999.

BABOVIC, N.; DJILAS, S., JADRANIN, M., VAJS, V., IVANOVIC, J., PETROVIC, S., ZIZOVIC,I.Supercritical carbon dioxide extraction of antioxidant fractions from selected Lamiaceae herbs and their antioxidant capacity. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**,p. 91-107, 2010.

BARBOSA, I. M.; MEDEIROS, J. A. C.; OLIVEIRA, K. Á. R. GOMES-NETO, N. J.; TAVARES, J. F.; MAGNANI,M.; SOUZA, E. L. Efficacy of the combined application of oregano and Rosemary essential oils for the control of *Escherichia coli*, *Listeria*

monocytogenes and Salmonella Enteritidis in leafy vegetables. **Food Control** p.468-477, 2016.

BARBOSA, L.N. **Propriedade antimicrobiana dos óleos essenciais de plantas condimentares com potencial de uso como conservante em carne e hambúrguer bovino e testes de aceitação.** Dissertação (Mestrado em Biologia Geral e Aplicada). Botucatu, São Paulo: Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, 2010. 121p.

BARBOSA,M.I.M.J. **Microcápsulas de bixina: obtenção, aplicação e estudos de fotodegradação em sistemas-modelo.** 2009.155p.Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos.Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, 2009.

BARRETO, H.M.; SILVA FILHO, E.C.; LIMA, E.O.; COUTINHO, H.D.M.; MOARIS-BRAGA, M.F.B.; TAVARES, C.C.A.; TINTINO, S.R.; REGO, J.V.; ABREU, A.P.L.; LUSTOSA, M.C.G.; OLIVEIRA, R.W.G.; CITÓ, A.M.G.L. LOPES, J.A.D. Chemical composition and possible use as adjuvant of the antibiotic therapy of the essential oil of *Rosmarinus officinalis* L. **Industrial Crops and Products**, v.59, p.290-294, 2014.

BEGUM, A.;SANDHYA, S.;ALI, S. S.; VINOD, K. R.; REDDY, S.; BANJI, D. An indepth review on the medicinal flora *Rosmarinus officinalis* (Lamiaceae). **Acta Scientiarum Polonorum Technologia Alimentaria**, p. 61-73, 2013.

BENTO, J. F.MAZZARO,I.,SILVA,L.M.A.,MOREIRA,R.A.,FERREIRA,M.L.C. REICHER, F.,PETROWICZ,C.L.O. Diverse patterns of cell wall mannan/galactomannan occurrence in seeds of the Leguminosae. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, p. 192-199, 2013.

BOROSKI, M.; GIROUX, H. J.; SABIK, H.; PETIT, H. V.; VISENTAINER, J. V.; MATUMOTO-PINTO, P. T.; BRITTEN, M. Use of oregano extract and oregano essential oil as antioxidants in functional dairy beverage formulations. **Food Science and Technology**, v 47, p. 167-174, 2012.

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. **International Journal of Food Science and Technology**, v.47, p. 2289–2296, 2012

BOTREL, D. A. **Avaliação de novos biopolímeros como agentes carreadores no processo de secagem por atomização de óleo de peixe.** 2013, 203p. Tese (Doutorado em Ciências de Alimentos), Universidade Federal de Lavras, Lavras-MG, 2013.

BOTREL,D.A.,BORGES,S.V.,FERNANDES,R.V.B.,ANONIASSI,R.,MACHADO,A. F.F.,FEITOSA,J.P.A.,DE PAULA,R.C.M. Application of cashew tree gum on the

production and stability of spray-dried fish oil. **Food Chemistry** ,v.221 ,P.1522–1529,2017

BRAGA, C. R. **Isolamento e caracterização de uma Lectina e de um inibidor de proteases em sementes de *Caesalpinia pulcherrima* Linn.** Fortaleza, Universidade Federal do Ceará, Tese de Doutorado, Departamento de Bioquímica e Biologia Molecular, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2006.

BRAGA, R. C. **Goma endospérmica de *Caesalpinia pulcherrima*. Utilização como matriz de afinidade no isolamento de lectinas galactose-ligantes.** Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2001,100p.

BRAGA, R. C.; TEIXEIRA-SÁ, D. M. A.; RIBEIRO, A. F.; MIRANDA, R. L.; ALMEIDA, L. M.; HORTA, A. C. G.; MOREIRA, R. A. Evaluation of *Caesalpinia Pulcherrima* Endospermic Gum as Affinity Matrices for Galactose-Binding Lectins Interaction. **Brazilian Archives of Biology Technology**, v. 54, p. 283-292, 2011.

BRASIL, REGULAMENTO TÉCNICO SOBRE ADITIVOS AROMATIZANTES / AROMAS. Resolução nº 104, de 14 de maio de 1999. Disponível em: http://www.anvisa.gov.br/legis/resol/104_99.htm. Acesso em 11 Nov. 2015.

BURITI, F. C. A.; SANTOS, K. M. O. ; SOMBRA, V. G.; MACIEL, J. S.; TEIXEIRA-SÁ, D. M. A.; SALLES, H. O.; OLIVEIRA, G.; PAULA, R. C. M.; FEITOSA, J. P. A.; MONTEIRO-MOREIRA, A. C. O.; MOREIRA, R. A.; EGITO, A. S. Characterisation of partially hydrolysed galactomannan from *Caesalpinia pulcherrima* seeds as a potential dietary fibre. **Food Hydrocolloids**, v. 35, p. 512-521, 2014.

CALO, J. R.; CRANDALL, P. G.; O'BRYAN, C.A.; RICKE, S. C. Essential oils as antimicrobials in food systems -A review. **Food Control**. v.54, p.111-119, 2015.

CAMPOS, D. A.; RIBEIRO, A.C.; COSTA, E.M.; FERNANDES, J.C., TAVARIA, F.K.; ARARUNA, F.B.; EIRAS, C.; EATON, P.; LEITE, J.R.S.A.; PINATDO, M.M. Study of antimicrobial activity and atomic force microscopy imaging of the action mechanism of cashew tree gum. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 90, p. 270–274, 2012.

CARNEIRO, H.; TONON, R.; GROSSO, C.; HUBINGER, M. Encapsulation efficiency and oxidative stability of flaxseed oil microencapsulated by spray drying using different combinations of wall materials. **Journal of Food Engineering**, v. 115 ,p.443–451, 2013.

CERQUEIRA, M. A.; PINHEIRO, A. C.; SOUZA, B. W. S.; LIMA, A. M. P.; TEIXEIRA, J. A.; MOREIRA, R. A.; COIMBRA, M. A.; GONÇALVES, M. P.; VICENTE, A. A. Extraction, purification and characterization of galactomannans from non-traditional sources. **Carbohydrate Polymers**, v.75, p. 408-414, 2009.

CERQUEIRA, M. A.; SOUZA, B. W. S.; SIMÕES, J.; TEIXEIRA, J. A.; DOMINGUES, M. R. M.; COIMBRA, M. A.; VICENTE, A. A. Structural and thermal

characterization of galactomannans from non-conventional sources. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, p. 179-185, 2011.

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

COMUNIAN, T.A.; ESTACA, J.G.; FURTADO, R.F.; CONCEIÇÃO, G. J. A.; MORAES, I.C.F.; CASTRO, I.A.; TRINDADE, C.S.F. Effect of different polysaccharides and crosslinkers on echium oil microcapsules. **Carbohydrate Polymers**, v. 150, p. 319–329, 2016

COSTA,S.B.;DUARTE,C.;BOURBON,A.I.;PINHEIRO,A.C.;SERRA,A.T.;MARTINS, M.M.;JANUÁRIO,M.I.N.;VICENTE,A.A.;DELGADILLO,I.,DUARTE,C.;COSTA,M. L.B. Effect of the matrix system in the delivery and in vitro bioactivity of microencapsulated Oregano essential oil. **Journal of Food Engineering** v.110 p.190–199, 2012.

CUNHA, P.L.R.;PAULA,R.C.M.;FEITOSA,J.P.A. Polissacarídeos da biodiversidade brasileira: uma oportunidade de transformar conhecimento em valor econômico. **Química Nova**, v. 32, p.649-660, 2009

DE PAULA, R. C. M.; RODRIGUES, J. F. Composition and rheological properties of cashew tree gum, the exudate polysaccharide from *Anacardium occidentale* L. **Carbohydrate Polymers**, v.26,p. 177–181, 1995.

DE PAULA,R.C.M.;HEATLEY,F.;BUDD,P.M. Characterization of *Anacardium occidentale* exudate polysaccharide. **Polymer International** v,45, p.27-35,1998

DENYER, S.P.; MAILLARD, J.Y. Cellular impermeability and uptake of biocides and antibiotics in Gram-negative bacteria. **Journal of Applied Microbiology Symposium Supplement**, p.35–45, 2002.

DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying Technology**, v.23, p.1361-1394, 2005.

DRUSCH, S., SERFERT, Y., SCAMPICCHIO, M., SCHMIDT-HANSBERG, B.,SCHWARZ, K. Impact of physicochemical characteristics on the oxidative stability of fish oil microencapsulated by spray drying. **J. Agric. Food Chem.** v.55, p.11044–11051, 2007.

DULONG, V.; LACK, S.; LE CERF, D.; PICTON, L.; VANNIER, J. P.; MULLER G. Hyaluronanbased hydrogels particles prepared by crosslinking with trisodium

trimetaphosphate. Synthesis and characterization. **Carbohydrate Polymers**, v. 57, p. 1-6, 2004.

DURANGO, A. M.; SOARE, N. F.; ARTEAGA, M. R. Filmes y Revestimientos Comestibles como Empaques Activos Biodegradables en la Conservación de Alimentos. **Biología en el Sector Agropecuario y Agroindustrial**, v. 9, p. 122 – 128, 2011

EDRIS, A. E.; KALEMBA, D.; ADAMIEC, J.; TKOWSKI, M.P. Microencapsulation of *Nigella sativa* oleoresin by spray drying for food and nutraceutical applications. **Food Chemistry**, v.204 p. 326–333, 2016.

ESTEVINHO, B. N.; ROCHA, F., SANTOS, L.; ALVES, A. Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications—A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 31, p. 138-155, 2013.

FALEIRO, M. L. The mode of antibacterial action of essential oils. *Science Against Microbial Pathogens: Communicating Current Research and Technological Advances*, v.2,p.1143-1156, 2011.

FANG,Z.;BHANGADARI,B. Encapsulation of polyphenols e a review. **Trends in Food Science e Technology**, v.20, p. 1-14, 2010.

FAVARO-TRINDADE, C. S.; SANTANA, A. S.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; TRINDADE, M. A.; NETTO, F. M. The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate. **Food Hydrocolloids**, v. 24, p. 336-340, 2010.

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

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

FERNANDES,R.V.B.,BOTREL,D.A.,SILVA,E.K.,BORGES,S.V.,OLIVEIRA,C.R., YOSHIDA,M.I., FEITOSA,J.P.A.,DE PAULA,R.C.M. Cashew gum and inulin: New Alternative for ginger essential oil microencapsulation. **Carbohydrate Polymers** v.153,p.133–142,2016.

FIGUEREIDO, A.C.; PEDRO, L.G.; BARROSO, J.G. Plantas Aromáticas e Medicinais- Óleos Essenciais e Voláteis. **Revista da APH**, n.º 11, p.29-33, 2014.

Food and drug administration (FDA). Code of federal regulations (CFR).Title 21: Food and drugs. Chapter I e Food and drug administration, department of health and human services (Continued), subchapter B e Food for human consumption, Part 182 e Substances generally recognized as safe (GRAS), subpart a e General provisions,

subpart 182.10 e Spices and other natural seasonings and flavorings. **Washington, DC: Office of the Federal Register** ,Disponível em: <http://www.fda.gov>. Acessado 20 de Novembro de 2015 a.

Food and drug administration (FDA). Code of federal regulations (CFR). Title 21: Food and drugs. Chapter I e Food and drug administration, department of health and human services (Continued), Subchapter B e Food for human consumption, Part 182 e Substances generally recognized as safe (GRAS), subpart a e General provisions, subpart 182.20 e Essential oils, oleoresins, and natural extractives. **Washington, DC: Office of the Federal Register**. Disponível em: <http://www.fda.gov>. Acessado 20 de Novembro de 2015 b.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. Dossiê das gomas. **Revista- fi.com**.n.17,p. 26-46 2011.

FRASCARELI, E.C.; SILVA, V.M. ; TONON, R.V. ; HUBINGER, M.D. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. **Food and Bioproducts Processing** v.9 0 , p.413–424, 2012.

FRATIANNI, F.; DE MARTINO, L.; MELONE, A.; DE FEO, V.; COPPOLA, R.; NAZZARO, F. Preservation of chicken breast meat treated with thyme and balm essential oils. **Journal of Food Science**, v.75, p.528-535, 2010.

FURTADO, R.; RIBEIRO, F.; MENDES, L.; MARIANO, A.; ALVES, C.; BASTOS, M.; COSTA, J. Modificação Química de Goma de Cajueiro: Novas Características e Potencialidades de Aplicações. (Vol. Boletim de Pesquisa e Desenvolvimento 86). Fortaleza, Brazil: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária Embrapa Agroindústria Tropical Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento, 2013.

GAONKAR, A. G.;VASISHT, N.; KHARE, A.R.; SOBEL, R. **Microencapsulation in the Food Industry**. 1 ed., 2014.590p.

GARCIA, L.C. **Microencapsulação por *spray-drying* de óleo essencial de manjeriço**. Tese de Doutorado em Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas . 2013, p.217.

GENENA, A. K.; HENSE, H.; SMÂNIA JUNIOR, A.; SOUZA, S. M. Rosemary (*Rosmarinus officinalis*) – a study of the composition, antioxidant and antimicrobial activities of extracts obtained with supercritical carbon dioxide. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, p. 463-469, 2008

GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of secagem por spray in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v.40, n.9, p.1107-1121, 2007.

GUILLEN, M. D.; CABO, N.; BURILLO, J. Characterization of the essential oils of some cultivated aromatic plants of industrial interest. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Oxford, v. 70, n. 3, p. 359-363, Mar. 1996.

GUIMARÃES, L. G. L.; CARDOSO, M. G.; ZACARONI, L. M.; LIMA, R. K. Influência da luz e da temperatura sobre a oxidação do óleo essencial de capim-limão (*Cymbopogon citratus* (D.C.) STAPF). **Química Nova**, p. 1476-1480, 2008.

HAMRE, K.; KOLAS, K.; SANDNES, K. Protection of fish feed, made directly from marine raw materials, with natural antioxidants. **Food Chemistry**, v. 119, n. 1, p. 270–278, 2010.

HERNÁNDEZ, M. D. ; SOTOMAYOR, J.A.; HERNÁNDEZ, Á.; JORDÁN, M. J. Rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) Oils. Essential Oils in Food Preservation, Flavor and Safety. Ed.Academic Press, p. 677–688, 2016.

HERRAIZ-PENALVER, D.; CASES, M.A.; VARELA, F.; NAVARRETE, P. SÁNCHEZ-VIOQUE, R.;USANO-ALEMANY, J. Chemical characterization of *Lavandula latifolia* Medik. essential oil from Spanish wild populations. **Biochemical Systematics and Ecology** , v. 46,p. 59, 2013.

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 microparticles. **Journal of Food Process Engineering**, Westport, v. 38, p. 1-10, 2015.

HUSSAIN, A. I.; ANWAR, F.; CHATHA, S. A. S.; JABBAR, A.; MAHBOOB, S.; NIGAM, P. S. Essential oil: antiproliferative, antioxidant and antibacterial activities. **Brazilian Journal of Microbiology**, p.1070-1107, 2010.

IGE, P.P.,AGRAWAL,K.,PATIL,U. Enhanced in vitro dissolution of Iloperidone using *Caesalpinia Pulcherrima* mucoadhesive microspheres. **Beni-suefuniversity journal of basic and applied sciences**, v.4, p.26-32, 2015.

ISLAM, A. K. M. N.; ALI, M. A.; SAYEED, A.; SALAM, S. M. A.; ISLAM, A.; RAHMAN, M.; KHAN, G. R. M. A. M.; KHATUN, S. An Antimicrobial Terpenoid from *Caesalpinia pulcherrima* Swartz.: Its Characterization, Antimicrobial and Cytotoxic Activities. **Asian journal of Plant Sciences**, v.2, p. 1162-1165, 2003.

ISSABEAGLOO, E.; KERMANIZADEH,P.; TAGHIZADIEH, M.; FORUGHI,R. Antimicrobial effects of rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.) essential oils against *Staphylococcus* spp. **African Journal of Microbiology Research**, p. 5039–5042, 2012.

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

- JIAN,H-L.,LIN,X.J.,ZHANG,W.A.,ZHANG,W.M.,SUN,D.F.,JIANG,J.X. Characterization of fractional precipitation behavior of galactomannan gums with ethanol and isopropanol. **Food Hydrocolloids**, v. 40, p. 115-121, 2014.
- JIANG, J., JIAN, H., CRISTHIAN, C., ZHANG, W., SUN, R. Structural and thermal characterization of galactomannans from genus *Gleditsia* seeds as potential food gum substitutes. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 91, p.732-737,2011
- JIANG, Y.; WU, N.; FU, Y.; WANG, W.; LUO, M.; ZHAO, C.; ZU, Y.; LIU, X. Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of Rosemary, **Environmental Toxicology and Pharmacology** , p.63–68, 2011b.
- JUSTO, O.R. ; MORAES, Â. M.; BARRETO, G. P.M.; MERCADANTE, A. Z. ; ROSA,P. T.V. E.. Avaliação do potencial antioxidante de extratos ativos de plantas obtidos por extração com fluido supercrítico. **Química Nova**, São Paulo, p. 1699-1705, 2008.
- KASEMSUWAN, T.; BAILE, T.; JANE, J. Preparation of clear noodles with mixtures of tapioca and high-amylase starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 32, p. 301-312, 1998.
- KAUSHIK,V.;ROOS,Y.H. Limonene encapsulation in freeze-drying of gum Arabic–sucrose–gelatin systems. **Food Science and Technology**, v.40, p.1381–1391, 2007.
- KUANG, S. S.; OLIVEIRA, J.C.; CREAN,A. M. Microencapsulation as a tool for incorporating bioactive ingredients into food. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, p.951-968, 2010.
- LI, B. Z; WANG, L.J.; LI, D.; CHIU, Y. L; ZHANG, Z-J.; SHI, J; CHEN, X. D; MAO, Z-H. Physical properties and loading capacity of starch-based microparticles crosslinked with trisodium trimetaphosphate. **Journal of Food Engineering**. v. 92. p. 255-260. 2009.
- LEE , C. ; CHEN,L.; CHANG, T. ; KE,W.; LO,Y.; WANG,C. The correlation between skin-care effects and phytochemical contents in Lamiaceae plants. **Food Chemistry**, v. 124, n. 3, p. 833– 841, 2011.
- LORENZI, H.; MATOS, F. J. Plantas medicinais no Brasil: Nativas e exóticas cultivadas. Primeira Edição. Instituto Plantarum. Nova Odessa, p.512, 2006
- MAGALHÃES JR,G.A.,SANTOS,C.M.W.,SILVA,D.A.,MACIEL,J.S.,FEITOSA,J.P. A, PAULA,H.C.B.,DE PAULA,R.C.M. Microspheres of chitosan/carboxymethyl cashew gum (CH/CMCG): Effect of chitosan molar mass and CMCG degree of substitution on the swelling and BSA release. **Carbohydrate Polymers**, v. 77, p. 217-222, 2009.

MARTINS,I.M.; BARREIRO, M.F.; COELHO,M.;RODRIGUES, A.E. Microencapsulation of essential oils with biodegradable polymeric carriers for cosmetic applications. **Chemical Engineering Journal**.v. 245, p.191–200, 2014

MATOS, V. C. **Gomas Endospérmicas de *Delonix regia* e *Schizolobium parahybae***. 2000. 113f. Tese (Doutorado em Bioquímica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

McNAMEE, B. F.; O’RIORDAN, E. D.; O’SULLIVAN, M. Effect of partial replacement of gum Arabia with carbohydrates on its microencapsulation properties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, p. 3385-3388, 2001.

MENDES, L.G. **Microencapsulação do corante natural de urucum: uma análise da eficiência da goma do cajueiro como material de parede**. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Alimentos) – Departamento de Tecnologia de Alimentos. Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE, 2012, 130p.

MIRALDI, E.; GIACHETTI, D.; MAZZONI, G.; BIAGI, M. Quali-quantitative analysis of eight *Rosmarinus officinalis* essential oils of different origin. First report. **Journal of the Siena Academy of Sciences**, p. 42-43, 2010.

MONTES,S.S.; SANTANA,L.S.G.; CRUZ, R.S.Óleos essenciais em embalagens para alimentos – Revisão de literatura de 2000 a 2012. **Perspectivas da Ciência e Tecnologia**, v.5, p.1-11, 2013.

MUHAMMAD, K.; HUSSIN, F.; GHAZALI, Y. C.; KENNEDY, J. F. Effect of pH on phosphorylation of sago starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 42, p. 85-90, 2000.

MÜLLER, P. S.; **Microencapsulação do óleo essencial de laranja. Curitiba, Universidade Federal do Paraná (UFPR)**. Dissertação de mestrado em Tecnologia de Alimentos, UFPR, 2011,99p.

MURÚA-PAGOLA, B.; BERISTAIN-GUEVARA, C. I.; MARTÍNEZ-BUSTOS, F. Preparation of starch derivatives using reactive extrusion and evaluation of modified starches as shell materials for encapsulation of flavoring agents by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 91, p. 380-386, 2009.

MURUGESAN, R.; ORSAT, V. *Spray Drying* for the Production of Nutraceutical Ingredients - A Review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, p. 3-14, 2012.

NEDOVIC, V; KALUSEVIC, A; MANOJLOVIC, V; LEVIC, S; BUGARSKI, B. An overview of encapsulation technologies for food applications, **Procedia Food Science**, 1, 1806–1815, 2011.

NESTERENKO, A.; ALRIC, I.; SILVESTRE,F.; DURRIEU,V. Vegetable proteins in microencapsulation: a review of recent interventions and their effectiveness. **Industrial Crops and Products**, v. 42, p. 469-479, 2013.

NIETO, G.; ESTRADA, M.; JORDÁN, M.J.; GARRIDO, M.D.; BAÑÓN, S. Effects in ewe diet of rosemary by-product on lipid oxidation and the eating quality of cooked lamb under retail display conditions. **Food Chemistry**, v. 124, n. 4, p. 1423-1429, 2010.

OJEDA-SANA, A. M.; BAREN, C. M. V.; ELECHOSA, M.A.; JUÁREZ, M. A. MORENO, S. New insights into antibacterial and antioxidant activities of rosemary essential oils and their main components. **Food Control**, p.189-195, 2013.

OKOH, O. O.; SADIMENKO, A. P.; AFOLAYAN, A. J. Comparative evaluation of the antibacterial activities of the essential oils of *Rosmarinus officinalis* L. obtained by hydrodistillation and solvent free microwave extraction methods. **Food Chemistry**, p. 308-312, 2010

OLIVEIRA,E.F.,PAULA,H.C.B.,DE PAULA,R.C.M. Alginate/cashew gum nanoparticles for essential oil encapsulation. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**,v. 113,p. 146– 151,2014.

PATEL, S. S., VERMA, N. K., CHATTERJEE, C., GAUTHAMAN, K. Screening of *Caesalpinia pulcherrima* Linn flowers for analgesic and anti-inflammatory activities. **International Journal of Applied Research in Natural Products**,v. 3,p.1–5, 2010.

PENG ,Y.; YUAN,J.; LIU,F.; YE, J. Determination of active components in rosemary by capillary electrophoresis with electrochemical detection. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis** p.431–437, 2005.

PEPPAS, N. A. Devices based on intelligent biopolymers for oral protein delivery. **International Journal of Pharmaceutics**, Amsterdam, v. 277, p. 11–17, 2004.

PESAVENTO G., CALONICO C., BILIA A.R., BARNABEI M., CALESINI F., ADDONA R., MENCARELLI L., CARMAGNINI L., MARTINO M.C.D. NOSTRO A.L. Antibacterial activity of *Oregano*, *Rosmarinus* and *Thymus* essential oils against *Staphylococcus aureus* and *Listeria monocytogenes* in beef meatballs. **Food Control** v.54, p.188-199,2015.

PINHEIRO, A. C., BOURBON, A. I., ROCHA, C., RIBEIRO, C., MA-IA, J. M., GONÇALVES, M. P., TEIXEIRA, J. A., & VICENTE, A. A.Rheological characterization of κcarrageenan/galactomannan and xanthan/galactomannan gels: Comparison of galactomannans from non-traditional sources with conventional galactomannans. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, n. 2, p. 392-399, 2011.

PITOMBEIRA,N.A.O.,VERAS .J.G.N,SILVA,D.A.,FEITOSA,J.P.A.,PAULA,H.C.B., DE PAULA,R.C.M. Self-assembled nanoparticles of acetylated cashew gum:Characterization and evaluation as potential drug carrier. **Carbohydrate Polymers** v.117, p.610–615, 2015.

PORTO, B. C., CRISTIANINI, M. Evaluation of cashew tree gum (*Anacardium occidentale* L.) emulsifying properties. **Lwt: Food Science and Technology**, v.59,p.1325–1331, 2014.

PRAJAPATI, V. D.; JANI, G. K.; MORADIYA, N.G.; REERIA, N. P.; NAGAR, B. J.; NAIKWADI, N. N.; VARIYA, B. C. Galactomannan: A versatile biodegradable seed polysaccharide. **International Journal of Biological Macromolecules**, v.60, p. 83-92, 2013.

PRATA, A.S.; ZANIN, M.H.A.; RÉ, M. I.; GROSSO,C.R.F. Release properties of chemical and enzymatic crosslinked gelatin-gum Arabic microparticles containing a fluorescent probe plus vetiver essential oil. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 67, p.171–178, 2008.

RADAELLI,M.,SILVA,B.P.,WEIDLICH,L.,HOEHNEB,L.,FLACH,A.,MENDONC,L. A.,DA COSTA,A.,ETHUR,M. Antimicrobial activities of six essential oils commonly used as condiments in Brazil against *Clostridium perfringens*. **Brazilian Journal of Microbiology**, v.47, p. 424–430, 2016.

RÉ, M.I. Microencapsulation by spray drying. **Drying Technology**, v.16, n.6, p. 1195-1236, 1998.

RÉ, M. I. Formulating drug delivery systems by spray drying. **Drying Technology**, New York, v. 24, n. 4, p. 433-446, 2006.

REINECCIUS, G. A. Flavor encapsulation. **Food Review International**, v.5, p. 146-176, 1989.

RIBEIRO, F. W. M.; LAURENTINO, L. S.; ALVES, M.S.R.B.; COSTA, J. M. C.; CANUTO, K.M.; FURTADO, R. F. Chemical Modification of Gum Arabic and Its Application in the Encapsulation of Cymbopogon citratus Essential Oil. **Journal of Applied Polymer**, v. 132, p 1-7, 2015.

RIBEIRO,A.C.; **Efeito da adição de óleo essencial de pimenta rosa (*schinus terebinthifolius raddi*) microencapsulado em queijo minas frescal**. Universidade Federal do Espírito Santo. Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de alimentos, 2015,75p.

RIBEIRO,A.J.,SOUZA,F.R.L.,BEZERRA,J.M.N.A.,OLIVEIRA,C.,NADVORNY,D.,S OARES,M.F.L.R.,NUNES,L.C.C.,SILVA-FILHO,E.C.,VEIGA,F.,SOBRINHO,J.L.S. Gums' based delivery systems: Review on cashew gum and its derivatives. **Carbohydrate Polymers**, v. 147 p.188–200,2016

RODRIGUES,R.A.F.**Preparo, caracterização e avaliação funcional de microcápsulas obtidas por sapry-drying, contendo extrato de café crioconcentrado**. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos).Universidade Estadual de Campinas, 2004,258p.

SAENZ,C.;TAPIA,S.; CHAVEZ,J.; ROBERT,P. Microencapsulation by spray drying of bioactive compounds from cactus pear (*Opuntia ficus-indica*). **Food Chemistry**, v14,p 616–622,2009.

SANCHO, S. DE O.; MAIA, G. A.; DE FIGUEIREDO, R. W.; RODRIGUES, S.; DE SOUSA, P. H. M. Alterações químicas e físico-químicas no processamento de suco de caju (*Anacardium occidentale* L.), **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, p. 878-882, 2007.

SANTIAGO, M. C. P. A.; NOGUEIRA, R. I.; PAIM, D. R. S. F.; GOUVEA, A. C. M. S.; GODOY, R. L. O.; PEIXOTO, F. M.; PACHECO, S.; FREITAS, S. P. Effects of encapsulating agents on anthocyanin retention in pomegranate powder obtained by the spray drying process. **Food Science and Technology**, v. 73 p.551-556, 2016.

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, p.26-30, 2000.

SANTURIO, D. F. **Atividade antimicrobiana de óleos essenciais de condimentos sobre *Escherichia coli* isoladas de suínos, aves e bovinos**. Dissertação (Mestrado). Santa Maria, RS, 2011, p.54.

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

SHARMA, V., RAJANI, G. P. Evaluation of *Caesalpinia pulcherrima* Linn. For anti inflammatory and anti ulcer activity. **Indian Journal of Pharmacology**, v. 43, p.168-171, 2011

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, 2003.

SILVA, P. I.; STRINGHETA, P. C.; TEOFILO, R. F.; OLIVEIRA, I. R. N. Parameter optimization for spray-drying microencapsulation of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) peel extracts using simultaneous analysis of responses. **Journal of Food Engineering**, v. 117, p. 538-544, 2013.

SILVA, M. C. C., SILVA, R. A. O., MARQUES, L. G. A., FREITAS, R. M., SANTOS, M. S. F., SILVA FILHO, E. C., Ó PESSOA, C., SANTOS, M. R. M. C. Prospecção Tecnológica: aplicação da goma do cajueiro (*Anacardium occidentale* L.) em nanotecnologia. **Revista GEINTEC**, v. 3, p. 55-69, 2013b.

SINGH, S.; DIXIT, D. A review on spray drying: emerging technology in food industry. **International Journal of Applied Engineering and Technology**, v. 4, p. 1-8, 2014.

SOARES, C.E.A. **Caracterização estrutural e potencial da galactomanana de *Adenantha pavonina L.* como matéria-prima para produção de filmes comestíveis bioativos.** Tese de Doutorado em Bioquímica. Universidade Federal do Ceará. 2009, p.262.

SOUZA, A.S.; LEÃO, M.H.R.; BORGES, S.V.; CIRILLO, M.A.; CORNEJO, F. E.P.; COURI, S. Retention of short chain fatty acids under drying and storage conditions. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 31, p. 801-805, 2011.

SOUZA, C.F. **Galactomanana de sementes de *Caesalpinia ferrea var. ferrea*: estrutura, modificação química e caracterização de propriedades**. Dissertação de Mestrado em Química. Universidade Federal do Paraná. 2009, p.113.

SOUZA, V.B.; FUJITA, A.; SILVA, E.R., LUCON JR, J.F.; GENOVESE, M.I.; FAVARO-TRINDADE, C.S. Functional properties and stability of spray-dried pigments from Bordo grape (*Vitis labrusca*) winemaking pomace. **Food Chemistry**, v. 164 p.380–386, 2014.

SOUZA, C.A.G., SIQUEIRA, S.M.C., AMORIM, A.F.V., MORAIS, S.M., GONÇALVES, T., GOMES, R.N., CUNHA, A.P., RICARDO, N.M.P.S. Encapsulação do ácido l-ascórbico no biopolímero natural galactomanana por *spray-drying*: preparação, caracterização e atividade antioxidante. **Química Nova**, v. XY, p. 1-7, 2015.

SOUZA, M.P. **Desenvolvimento e otimização de revestimentos comestíveis a base do polissacarídeo da goma do cajueiro (*Anacardium occidentale L.*) Para melhorar a qualidade pós-colheita de frutas**. Dissertação em Ciências Biológicas. Universidade Federal de Pernambuco, 2010, 67p.

SUAVE, J.; DALL'AGNOL, E.C.; PEZZIN, A.P.T.; SILVA, D.A.K.; MEIER, M.M.; SOLDI, V. Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Health and Environment Journal**, v.7, p.12-20, 2006.

SUDHAKAR, M.; RAO, C. V.; RAO, P. M.; RAJU, D. B.; VENKATESWARLU, Y. Antimicrobial activity of *Caesalpinia pulcherrima*, *Euphorbia hirta* and *Asystasia gangeticum*. **Fitoterapia**, v.77, p.378-380, 2006.

SULTANA, A.; MIYAMOTO, A.; HY, Q.L.; TANAKA, Y.; FUSHIMI, Y.; YOSHII, H. Microencapsulation of flavors by spray drying using *Saccharomyces cerevisiae*. **Journal of Food Engineering, In Press, Accepted Manuscript**, Available online 10 December 2016.

TAKAYAMA, C.; FARIA, F.M.; ALMEIDA, A.C.A.; DUNDER, R.J.; MANZO, L.P.; SOCCA, E.A.R.; BATISTA, L.M.; SALVADOR, M.J.; BRITO, A.R.M.S.; FERREIRA, A.L. Che

mical composition of *Rosmarinus officinalis* essential oil and antioxidant action against gastric damage induced by absolute ethanol in the rat. **Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine** , 2016

TEIXEIRA, B., MARQUES, A., RAMOS, C., NENG, N. R., NOGUEIRA, J. M. F., SARAIVA, J. A. Chemical composition and antibacterial and antioxidant properties of commercial essential oils. **Industrial Crops and Products**, p. 587-595, 2013

TERIET JUNIOR, W. **Efeito das modificações no processo de encapsulação de óleo de alho por spray drying**. Dissertação de Mestrado em Engenharia de Processos. Universidade da Região de Joinville, 2012, 82p.

TRAJANO, V. N.; LIMA, E. O.; SOUZA, E. L.; TRAVASSOS, A. E. R. Inhibitory effect of the essential oil from *Eugenia caryophyllata* Thumb leaves on coalho cheese contaminating microorganisms. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, p. 1001-1006, 2010.

TURCHIULI, C.; FUCHS, M.; BOHIN, M.; CUVELIEN, M.E.; ORDONNAUD, C.; PEYRAT-MAILLARD, M.N.; DUMOULIN, E. Oil encapsulation by spray drying and fluidized bed agglomeration. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, n. 1, p. 29-35, 2005.

TURASAN, H.; SAHIN, S.; SUMNU, G. Encapsulation of rosemary essential oil. **LWT- Food Science and Technology**, p.112-119, 2015.

VALGIMIGLI, L. Essential oils as natural food additives: Composition, applications, antioxidant and antimicrobial properties. **Nova Science Publishers, Inc**, New York , 2012.

VILELA, J., MARTINS, D., SILVA, F.M., GONZÁLEZAGUILAR, G., ALMEIDA, J.M.M. M., SARAIVA, C. Antimicrobial effect of essential oils of *Laurus nobilis* L. and *Rosmarinus officinallis* L. on shelf-life of minced “Maronesa” beef stored under different packaging conditions. **Food Packaging and Shelf Life**, v.8, p.71–80, 2016.

WOLFFENBÜTTEL, A.N. Mas, afinal o que são óleos essenciais? **Informativo CRQ-V**, **105**, 6-7, 2007.

WOO, K.; SEIB P. A. Crosslinking of wheat starch and hydroxypropylated wheat starch in alkaline slurry with sodium trimetaphosphate. **Carbohydrate Polymers**, v. 33, 263-271, 1997.

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**, v. 229, p. 467-474, 2009.

YODSAOUE, O., KARALAI, C., PONGLIMANONT, C., TEWTRAKUL, S., CHANTRAPROMMA, S.. Pulcherrins D-R, potential anti-inflammatory diterpenoids from the roots of *Caesalpinia pulcherrima*. **Tetrahedron**, v.67, p. 6838–6846, 2011.

ZAOUALI, Y.; BOUZAINÉ, T.; BOUSSAID, M. Essential oils composition in two *Rosmarinus officinalis* L. varieties and incidence for antimicrobial and antioxidant activities. **Food and Chemical Toxicology**, p. 3144-3152, 2010.

ZUIDAM, N.J., NEDOVIC, V.A. **Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing**. 1 ed., 2010. 400p.

ARTICLE 1: *Rosmarinus officinalis* L. essential oil microencapsulation by spray drying with the use of polysaccharide blends

Luana Guabiraba Mendes^a Francisco Rogênio da Silva Mendes^a, Roselayne Ferro Furtado^b, Maria do Socorro Rocha Bastos^b, **José Maria Correia da Costa^c**, Ana Cristina de Oliveira Monteiro-Moreira^f, Huai N. Cheng^d, Atanu Biswas^e and Renato de Azevedo Moreira^f.

^aState University of Ceará, Avenida Dr.Silas Munguba 1700-Campus Itaperi, CEP:60740-000- Fortaleza, CE – Brazil

^b Food Packaging Technology Laboratory, Embrapa Agroindústria Tropical. Rua Dr. Sara Mesquita, 2270 - Pici, Fortaleza - CE, Brazil, CEP 60511-110, (85) 3391-7100.

^cDepartment of Food Engineering, Federal University of Ceará, Campus do Pici, Bloco 858, 60356-000, Fortaleza-CE, Brazil

^dUSDA Agricultural Research Service, Southern Regional Research Center, 1100 Robert E. Lee Blvd., New Orleans, LA 70124, USA

^e USDA Agricultural Research Service, National Center for Agricultural Utilization Research, 1815 North University Street, Peoria, IL 61604, USA

^f University of Fortaleza Av. Washington Soares, 1321 Edson Queiroz, CEP 60811-905 - Fortaleza, CE – Brazil (085) 3477-3199.

ABSTRACT

The combination of plant polysaccharides can result in a wall material with excellent encapsulating characteristics. The objective of this study was to evaluate the influence of the content of matrix components, galactomannan and cashew gum crosslinked with 6% sodium trimetaphosphate in the microencapsulation of essential rosemary oil by atomization. The increase in galactomannan concentration significantly affected viscosity ($p < 0.05$), emulsion droplet size and particle size. Increased solid content provided greater retention and encapsulation efficiency. Particle micrographs showed no cracks or microparticles fissures. The appropriate ratio for efficient encapsulation of rosemary essential oil was of 19.4% cashew gum (m/v) and 0.4% galactomannan (m/v).

Keywords: galactomannan, cashew gum, essential rosemary oil, encapsulation.

INTRODUCTION

Rosmarinus officinalis L. (rosemary) is a plant widely used as a natural antioxidant, flavoring agent and natural preservative (as a spice) because it presents bioactive compounds in its chemical composition that are beneficial to human health (Babovic et al., 2010; Cerqueira, et al. 2013; Gachkar et al., 2007). The essential rosemary oil extracted from its leaves by hydrodistillation has antibacterial, antioxidant and free radical scavenging properties (Gachkar et al., 2007; Ribeiro-Santos et al., 2015). The essential oil compounds responsible for the taste and functional properties of *R. officinalis* are volatile and instinctively unstable in the presence of oxygen, moisture and heat. Thus, the choice of a microencapsulation method and an adequate wall material could reduce undesirable losses of bioactive components present in the essential oil of *R. officinalis*.

The spray drying encapsulation method is particularly useful since it is economical, efficient, simple, continuous and can be used for various types of products (Diego Avalenga Botrel et al., 2012; Favaro-Trindade, Santana, Monterrey-Quintero, Trindade, & Netto, 2010). In addition, the selection of a wall material is critical to avoid changes resulting from oxidation, chemical interactions or volatilization (Diego Avalenga Botrel et al., 2012), and to maximize retention of the essential oil after the drying process.

Various materials (carriers or adjuvants) including starches (corn, cassava and rice), modified starches, maltodextrins, gum arabic, cyclodextrins and corn syrups are often added to foods to minimize the loss of active compounds and are excellent encapsulation agents, capable of improving or modifying the physical and chemical composition of a product (De Souza, Bassani, & Schapoval, 2007). Additionally, new emerging biopolymers have been investigated in atomization encapsulation studies such as konjac gum for sweet orange oil (Yang, Xiao, & Ding, 2009), galactomannan for ascorbic acid (Souza et al., 2015), tara and xanthan gums for pitanga juice (Rutz et al., 2013), and beet pectin for fish oil (Drusch, Serfert, Van Den Heuvel, & Schwarz, 2006).

Galactomannans are neutral polysaccharides composed of a linear chain of mannose residues bound by β (1 \rightarrow 4) glycosidic bonds, to which galactose residues are linked by α -type bonds (1 \rightarrow 6). They are easily found in the endosperm of legume seeds and are considered commercially important for their properties mainly as thickeners and stabilizing agents, since they are non-toxic hydrocolloids and do not cause pollution during their production and application (Bento et al., 2013; Cerqueira et al., 2011; Buriti et al., 2014; Jian et al., 2014; J. xin Jiang, Jian, Cristhian, Zhang, & Sun, 2011; Pinheiro et al., 2011). Furthermore, the relationship between mannose and galactose is one of the main biochemical characteristics of galactomannans, considering that variations of monomers provide different physicochemical properties to the formed structure (variation in density, solubility and viscosity of solutions) (Andrade, Azero, Luciano, & Gonçalves, 1999; Pinheiro et al., 2011; Cerqueira, Lima, Teixeira, Moreira, & Vicente, 2009).

Cashew gum is a branched acidic heteropolysaccharide composed of a main β -D-galactose chain (1 \rightarrow 3) associated with galactose and glucose side chains (Pitombeira et al., 2015). It is considered a low viscosity substance in aqueous solutions. Characterization of the monosaccharides present in the structure of the *Anacardium occidentale* exudate was performed by (De Paula, Heatley, & Budd, 1998) and presented as: 73% galactose, 11% glucose, 5% arabinose, 4% rhamnose, 1% mannose and 4.7% glucuronic acid, in addition to a polysaccharide-protein complex (De Paula & Rodrigues, 1995). The encapsulation process with the use of cashew gum as a wall material has been studied (Botrel et al., 2017; Gomez-Estaca, et al. 2016) , however, there are still no reports on the use of galactomannan blends with cashew gum. The combination of the two polysaccharides and their intrinsic characteristics could provide

improvement in the encapsulation efficiency of *R. officinalis* essential oil. In addition, cross-linking the biopolymers has proven to harden the microparticle wall, decreasing porosity and increasing retention of the core material (Chen, Li, Ding, & Suo, 2012; Comunian et al., 2016).

The objective of this study was to determine galactomannan and cashew gum combinations submitted to cross-linking for microencapsulation of rosemary essential oil through characterization of the particles.

MATERIALS AND METHODS

2.1 Materials

The essential rosemary oil (*Rosmarinus officinalis*) was purchased from Ferquima Ind. and Com. LTD company from Vargem Grande Paulista, Brazil. The cashew gum was obtained from the EMBRAPA Experimental Campus in Pacajus-CE, Brazil. The *Caesalpinia pulcherrima* (galactomannan) seeds were collected in the metropolitan region of Fortaleza-CE, Brazil, and identified in the Prisco Bezerra Herbarium with the following exsiccate numbers: 563667 - *Caesalpinia pulcherrima*.

2.2 Cashew gum isolation

Crude gum was taken to the laboratory and isolated according to the methodology described by (Torquato et al., 2004), with some modifications. For this, the gum was ground in a mill and dissolved in water in a ratio of 1:4 (m/v) under stirring for 4 hours (without heating). Centrifugation was performed at 10,000 rpm for 10 minutes and the precipitate was discarded. Filtration and precipitation with commercial ethanol (96°GL) were subsequently performed with an ethanol to gum ratio of 3:1 (m/m) under refrigeration for 24 hours. The precipitate was isolated and put to dry at 60°C. Finally, the gum was triturated and passed through a 212µm-pore sieve. The polysaccharide was kept in a hermetically sealed glass for later use.

2.3 Galactomannan extraction from Caesalpinia pulcherrima seed endosperm

Caesalpinia pulcherrima seeds were ground in a mill and separated into teguments, cotyledons and endosperms. The endosperms were then subjected to heat at 70°C in ethanol, refluxed for a period of 15 minutes and left to swell at the proportion

of 1:10 (endosperm to distilled water) for 24 hours at 7°C. The intumescent endosperms were homogenized in mills with distilled water until a viscous solution was obtained. Then the material was filtered through a nylon mesh and the filtered solution was precipitated with 96% ethanol in the ratio of 1:2 (v/v) solution/ethanol. The residue was subjected to a new alcohol extraction/precipitation process. Finally, the precipitate (galactomannan) was dehydrated with acetone, dried in a forced air circulation oven and kept as a dry powder for later use (Cerqueira, Pinheiro, et al., 2009).

The polysaccharide extraction yield from the seeds was expressed as a percentage of dry mass obtained after extraction in relation to the dry weight of the seeds (Pollard, Eder, Fischer, & Windhab, 2010).

2.4 Physiochemical characterization of matrix components

2.4.1 Determination of total nitrogen from polysaccharides

Polysaccharides (cashew gum and galactomannan) total nitrogen content was determined after digestion of the samples with sulfuric acid according to the method (Baethgen & Alley, 1989). For 200mg of the polysaccharides, 1.1g of a catalyst (100g of K₂SO₄, 10g of CuSO₄, 5 H₂O and 1g of selenium) and 2 mL of concentrated H₂SO₄ were added. The mixture was transported to a mineralizer and left in it for 2 hours until complete mineralization. This mineralized substance was then dissolved in distilled water and its volume complemented to 50 mL. A portion of 100µL of said substance was diluted (1:10) in a solution containing 22g/L of a catalyst (200g of CuSO₄, 20g of K₂SO₄ and 2g of Selenium) and sulfuric acid (61.1 mL/L). Next, 5.5 mL of a buffer (5% NaHPO₄·7H₂O 0.1M + KNaC₄H₄O₆·4H₂O and 5.4% NaOH), 4 mL of solution containing sodium salicylate (15%), sodium nitroprusside, (0.03%) and 2mL of sodium hypochlorite (6%) were added to this portion. The samples were then placed in a water bath at 37°C for 15 minutes and absorbance readings were performed at 650 nm in a spectrophotometer (Pharmacia, model LKB Ultrospec). The nitrogen content of the sample was calculated in relation to a standard curve in the presence of ammonium sulfate and the crude protein content was calculated by multiplying the total nitrogen value by 6.25.

2.4.2 Ash content

Ash content of the polysaccharides was obtained from 2g of each sample, placed in a muffle oven (model SP-1200DRP7, Thermo Scientific, Massachusetts, USA) until reaching the temperature of 550°C and the organic material was completely incinerated. The crucibles with the incinerated sample were then kept in a desiccator with silica gel until weighing. The ash content was calculated through the relation between the residue weight and the initial sample weight, with the result expressed as a percentage (Official Analytical Chemists & Horwitz, 2000).

2.4.3 Phenolic compounds

Total content of phenolic compounds was determined by the Folin-Ciocalteu method (Larrauri, Rupérez, & Saura-Calixto, 1997). The samples (1g) were weighed in a beaker and diluted in water. Then, 100µl of the solution containing the sample was removed and mixed with 0.5 mL of Folin-Ciocalteu reagent (1:3), 1 mL of a 20% (w/v) sodium carbonate solution and 1mL distilled water. Absorbance was measured after 30 minutes using a spectrophotometer at 700 nm. The results were expressed as milligrams of gallic acid (GA) times 100⁻¹ of the sample.

2.5 Preparation of the emulsions

The emulsions were prepared according to some modifications (Ribeiro et al., 2015). The wall material solutions were prepared by dissolution of the cashew gum and galactomannan in distilled water for each formula of the experimental design and under magnetic stirring for 12 hours at room temperature. After solubilization of the polysaccharides, each formulation was homogenized using an Ultra-Turrax homogenizer (IKA, T25 digital) at 20,000 rpm for 1 minute, and then dispersed by ultrasound at 40x amplitude and 1 cycle for 30 seconds. Thereafter, 2.5% (m/v) rosemary essential oil, 6% (m/v) of the cross-linking agent and TMF were added and stirred for 30 min (pH 12 with 2M NaOH). After this period, the solution was neutralized to pH 7. Tween 80 and Span 80 emulsifiers were subsequently added to the solution according to the hydrophilic-lipophilic balance (HLB value = 7.0) and based on the concentration of essential oil used in the formulation. Lastly, the emulsion was again homogenized using the Ultra-Turrax homogenizer (IKA, T25 digital) at 14,000 rpm for 5 min, and 1000 mL of emulsion was prepared for each treatment.

2.5.1. Experimental design

Response surface methodology was applied using rotatable central composite design (RCCD) to determine the influence of two variables on the formation of microparticles by atomization. The two independent variables were related to solids concentration: cashew gum (X1) and galactomannan (X2). The experimental design consisted of 11 treatments with 3 central points (Table 1). The variable responses were: emulsion droplet size D [3,2], dry particle size D [3,2], process efficiency, encapsulation efficiency and solubility. The planning matrix is indicated in Table 1 in coded and real variables.

Table 1. Rotatable central composite design used in rosemary essential oil microencapsulation trials based on 100 mL of distilled water.

Trials	Coded Variable		Real Variable		
	(X1)	(X2)	Cashew gum (g)	Galactomannan (g)	Rosemary essential oil (g)
1	-1	-1	18.29	0.32	2.5g
2	1	-1	19.71	0.32	2.5g
3	-1	1	18.29	0.88	2.5g
4	1	1	19.71	0.88	2.5g
5	-1.41	0	18	0.6	2.5g
6	1.41	0	20	0.6	2.5g
7	0	-1.41	19	0.2	2.5g
8	0	1.41	19	1	2.5g
9	0	0	19	0.6	2.5g
10	0	0	19	0.6	2.5g
11	0	0	19	0.6	2.5g

2.5.2 Characterization of emulsions

2.5.2.1 Viscosity Analysis

The rheological measurements of the samples were determined by a R/S plus SST 2000 Brookfield-Searle cylindrical rotational rheometer. The measurements were done at a temperature of 25°C, which was adjusted through a thermostatic bath coupled to the equipment. The equipment provided shear stress and strain rate data through RHEO V 2.8 software. The rheological analyzes were obtained with variation of the deformation rate of 0 to 500 s⁻¹ (upward curve) for 1 minute, and a reading of 25 points

for each curve. The flow curves were obtained from the shear stress (τ) versus shear rate ($\dot{\gamma}$), and the rheological parameters of pseudoplasticity index (k) and viscosity (η) were obtained by the Law of Power models using equation below:

$$\tau = k \cdot \dot{\gamma}^n \quad (\text{Equation 8})$$

2.5.2.2 Droplet size distribution

Droplet size distribution was determined based on the light scattering of Malvern 3000 Zetasizer NanoZS equipment (Malverne Instruments, UK). The average diameter was determined by considering the average diameter of a sphere with the same area (average surface diameter - D [3,2]). The solution was left to rest for 24 hours. After this period, an analysis was carried out by withdrawing the quantity of 1mL from the superior portion of the volumetric flask, which was dispersed in 100mL of deionized water in the apparatus and subjected to three readings of droplet distribution and size.

2.6 Spray encapsulation

The emulsions were submitted to an atomizer (model (MSD 1.0; Labmaq do Brasil, Ribeirão Preto, Brazil) equipped with a 1.2 mm-diameter double-fluid spray nozzle. The inlet air temperature used was $0.35 \text{ L}\cdot\text{h}^{-1}$ and the air flow was $4.2 \text{ m}^3/\text{min}$. The dry powders obtained were stored under refrigeration in metal packaging until the analyzes were carried out.

2.7 Microparticle Characterization

2.7.1 Water solubility

The solubility of the samples was determined according to the modified methodology described by (Cano-Chauca, Stringheta, Ramos, & Cal-Vidal, 2005). For the analyzes, 0.25g were weighed out of each sample and 25 mL of distilled water was then added to each portion. The solution was centrifuged at 3000 RPM for 5 min and the supernatant was filtered. Then, 20 mL of the supernatant was added to the petri dish. This material was dried in an air circulation oven at 105°C for 5h. The solubility was calculated by the difference in mass (final mass - initial mass) and the results were expressed as a solubility percentage.

2.7.2 Particle size distribution

Particle size distribution was analyzed using a Malvern 3000 Zetasizer NanoZS laser light scattering instrument (Malvern Instruments, UK). For this evaluation, a 0.50g sample of the powder suspended in 50 mL of isopropyl alcohol was used (refractive index - 1.39) in a ratio of 1:100 (w/v). The solution was then left to rest for 24 hours. After this period, an analysis was performed by withdrawing a 1mL portion of the upper part of the volumetric flask. The average diameter was determined by considering the average diameter of a sphere of the same area (average surface diameter - D [3, 2]).

2.7. Analysis of the Efficiency of Microparticle Formation

In order to determine the efficiency of the encapsulation process, two types of efficiency analyzes were adopted: encapsulation efficiency and retention efficiency (Cano-Chauca et al., 2005; Turasan, Sahin, & Sumnu, 2015).

2.7.3.1. Encapsulation Efficiency Encapsulation efficiency was calculated based on total and surface oil content using Equation 2:

$$\text{EE\%} = [(\text{total oil} - \text{superficial oil}) / \text{total oil}] \times 100$$

Determination of total oil

Total oil content was determined from 10g of encapsulated powder in 250mL of distilled water using a Clevenger-type apparatus for 3 hours. The determined volume was multiplied by its density (0.915g/mL).

Determination of surface oil

To measure the amount of surface oil, meaning free or extractable oil, petroleum ether was used as an extractor (García, et al. 2006; Jafari, Assadpoor, Bhandari, & He, 2008). The spray dried powder (10g) was dispersed using 25 mL of solvent in an Erlenmeyer and manually shaken for 10 minutes at room temperature. Dispersion was filtered using a qualitative filter paper. The particles were washed three times with 5mL of petroleum ether and the filtered solution containing the extracted oil was transferred to a petri dish for evaporating the organic solvent at room temperature. Surface oil mass was obtained by weighing in relation to the initial mass of the particles.

2.7.3.1 Retention Efficiency

Firstly, total oil was calculated by distillation of 10g of encapsulated powder in 250 mL of distilled water for three hours in a Clevenger apparatus (Jafari, He, & Bhandari, 2007a). Oil volume was read directly into the graduated arm of the equipment

Sample	Protein (%)	Ash (%)	Phenolic Compounds (mg AG.100g ⁻¹)	Yield (%)
--------	-------------	---------	--	-----------

and multiplied by its density. Oil retention was defined as the ratio between total oil extracted by the initial oil in the feed in relation to total solids and calculated by Equation 3:

Retention efficiency % = (oil content in microparticles/initial oil content in emulsion) x 100 - equation (3).

2.7.3 Particle morphology

Particle morphology was evaluated by scanning electron microscopy (SEM). The particles were placed on a double-sided adhesive tape mounted on stubs. The samples were plated with gold in a sputtering-type apparatus and examined with the scanning electron microscope (MEV Zeiss DSM, model 940). The SEM was operated at 15 kv with a magnitude of 4000x.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Yield and physical-chemical characterization of polysaccharides

Table 2. Analysis of the physicochemical yield of galactomannan from *C. pulcherrima* and cashew gum from *A. occidentale L.*

Galactomannan	0.65 ± 0.09	0.38 ± 0.03	-	25 ± 0.05
Cashew Gum Isolate	0.50 ± 0.07	0.74±0.007	77.81±1.58	70.22 ± 3.67

Galactomannan extraction from *C. pulcherrima* presented a yield of 25% (m/m) in relation to the seed mass (Table 2), similar to that found by (Cerqueira, et al., 2009), who obtained a yield near 25% for *G. triacanthos* and *C. pulcherrima* (24.73% and 25.70%, respectively). Cashew gum yields reported by several authors were about 80% (Rodrigues, Paula, & Costa, 1993), and were different from those obtained in this study (70%). This is associated with issues such as origin and the different polysaccharide isolation methodologies used in each study.

According to Table 2, galactomannan presented low protein content. This means that endosperm isolation before the swelling with the implemented methodology guaranteed galactomannan extraction with a higher degree of purity, since the presence of protein in the polysaccharides extracted from seeds is a very frequent contaminant; therefore, the percentage varies with the extraction method and the species. The protein content found for *C. pulcherrima* galactomannan is below the values reported in the literature for galactomannan obtained from seeds of *Mimosa Scabrella*, *Stryphnodendron adstringens* and *Schizolobium parahybae*, whose values ranged from 1.9 to 8.4% protein (Salvalaggio, et al. 2015).

In relation to the cashew gum, the protein content found was 0.50%; this value is higher than for that analyzed by (Gomez-Estaca et al., 2016), which was 0.26%. On the other hand, the isolated cashew gum ash content was low compared to that found by (Costa, Rodrigues, & Paula, 1996), whose ash content in the stages of cashew gum

purification varied from 0.92% to 2.36%. In other works by (Andrade et al., 2013; Porto & Cristianini, 2014), the ash content of cashew gum was 0.82% and 0.74%, respectively, being similar to that reported in this study.

The content of phenolic compounds in isolated cashew gum was 77.81 mg AG.100g⁻¹, possibly due to tannin traces present in the trunk bark of the plant from which the gum was extracted.

3.2 Emulsion Characterization

3.2.1 Viscosity of emulsions

Emulsion viscosity can affect encapsulation efficiency by an oscillation and circulation of internal oil droplets during the drying process, influencing the retention or loss of volatile compounds. If viscosity increases excessively, volatile oil retention may decrease because of slower droplet formation and longer exposure during the atomization process (Botrel, et al. 2014; Jafari et al., 2008). According to (Battista, et al. 2015), the liquid viscosity in the spray drying feed should be less than 300 mPa to ensure complete atomization of the material. It was observed that by increasing galactomannan content from 0.2 to 1.0%, there was a viscosity increase of 0.078 to 0.253 Pa, respectively (Table 3). The higher viscosity observed in the emulsion occurred with the higher galactomannan content, which is related to its molar mass and structural characteristics. The solution's viscosity depends on the molar mass and the mannose/galactose ratio (M/G) (Schorsch, Garnier, & Doublier, 1997).

The experimental data of the curves obtained were adjusted by the Power Law model. According to Table 3, the model is well adjusted to the experimental data with values of R² > 0.98. The *n* values for the design emulsions were smaller (*n* < 1), although these presented a behavior closer to pseudoplastic fluids (Table 3). The behavior of pseudoplastic fluids is due to greater molecule alignment towards the formed flow, inducing greater liquid fluidity and less friction (Nsofor & Osuji, 1997). The pseudoplastic behavior is desirable in processes where viscosity in flow must be lower than resting viscosity, facilitating: a) easier application of pharmaceutical products by syringes or capillaries; (b) the application of paint in the form of sprays or

brushes; c) placement of toothpaste or facial creams in tubes or bottles; d) greater spreadability of pastes and fillings (Souza, 2014).

A behavior similar to that found in this study was found in the emulsion prepared with cashew gum and fish oil, presented as pseudoplastic fluids with $n < 1$ (Botrel et al., 2017). In the study carried out by (Thombre & Gide, 2013) using galactomannan from *C. pulcherrima* in different concentrations, a pseudoplastic behavior was clearly observed with 1% galactomannan, with reduction of pseudoplasticity occurring in 0.5% and 0.3% concentrations, but still prevailing with $n < 1$.

Table 3. Rheological parameters of design emulsions by the Power Law model.

Emulsions	Ascendent		
	K (Pa.s)	<i>n</i>	R ²
F1	0.04 ± 0.002	0.78 ± 0.01	0.99
F2	0.04 ± 0.003	0.77 ± 0.01	0.99
F3	0.11 ± 0.002	0.75 ± 0.01	0.99
F4	0.12 ± 0.01	0.72 ± 0.01	0.99
F5	0.11 ± 0.01	0.69 ± 0.01	0.99
F6	0.14 ± 0.01	0.64 ± 0.001	0.98
F7	0.07 ± 0.004	0.68 ± 0.006	0.99
F8	0.25 ± 0.01	0.62 ± 0.01	0.99
F9	0.16 ± 0.01	0.62 ± 0.01	0.98
F10	0.14 ± 0.01	0.63 ± 0.01	0.99
F11	0.12 ± 0.006	0.66 ± 0.008	0.99

3.2.2 Droplet size distribution *D* [3,2]

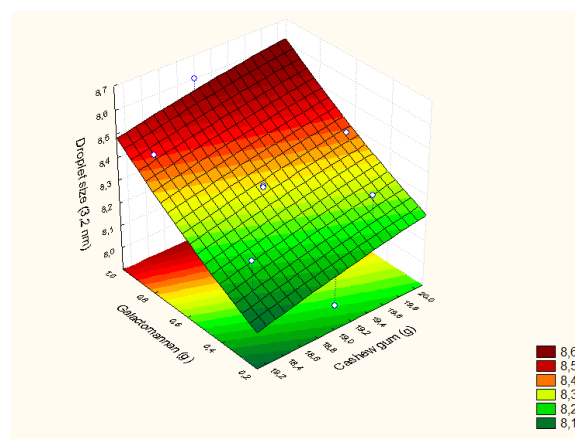
The size of the droplets in the emulsion is an important parameter that can affect its physical stability, meaning the rate of caking and flocculation, in addition to being highly relevant in volatile retention (Kim & Morr, 1996). Small droplets generally have higher encapsulation efficiency (A. Soottitantawat et al., 2005).

The galactomannan content used in the emulsions significantly influenced emulsion droplet size, as can be seen in Fig. 1. The different combinations of galactomannan and cashew gum wall with rosemary essential oil resulted in emulsions with droplet diameters D [3,2], ranging from 8.1 to 8.6 nm (Figure 1). It was observed that droplet size increased along with the galactomannan content, which may be related to the viscosity and the homogenization process used, since it is more difficult for viscous emulsions to have their diameter reduced only with mechanical homogenization (Qian & McClements, 2011). Therefore, droplet emulsion size reduction does not only depend on the type of energy supplied to the system, but also on the physicochemical properties of the wall material that directly influence emulsion characteristic, such as droplet size and viscosity (Silva & Meireles, 2015).

Figure 1. Response surface of emulsion droplet size D [3,2] with different amounts of galactomannan and cashew gum.

$$\text{Model} = 8.320 + 0.106 (x1) - 0.008 (x1)^2 + 0.291 (x2) + 0.024 (x2)^2 - 0.004(x1) \cdot (x2)$$

$$R^2 = 0.78$$



The emulsion droplet size may also influence surface and total oil content of the microparticles (Jafari, et al. 2008). In the microencapsulation process, a small emulsion droplet size provides advantages in terms of stability, oil retention in the powders and

reduction of surface oil content (Soottitantawat et al., 2005; Soottitantawat, Yoshii, Furuta, Ohkawara, & Linko, 2003).

3.3 Characterization of microparticles

3.3.1 Solubility in water

To be useful, the powders used as ingredients in the food industry must provide good solubility. The consumer will not have a good perception of the final product if it presents clusters and lumps after dissolution in the desired substance (R. V. de B. Fernandes et al., 2016). All produced particles were soluble, despite the hydrophobic nature of the core material and cross-linking, which could have drastically reduced solubility. However, results ranged from 79% to 82%, and there were no statistically significant alterations in solubility when changing the amount of cashew gum and galactomannan.

Results similar to those found in this work were reported using gum arabic, maltodextrin and inulin as wall materials in the encapsulation of essential ginger oil between 81.4% and 84.6%, those considered relatively soluble particles (R. V. de B. Fernandes et al., 2016). In a study by (R. V. de B. Fernandes, Borges, Botrel, & Oliveira, 2014) with different wall materials (gum arabic, modified starch, maltodextrin and inulin), solubility ranged from 41.85% to 47.72%.

3.3.2 Distribution of particle size D [3,2]

Microencapsulated oil particle size is an important factor, since it is associated with oil stability and retention in the particles (Tontul & Topuz, 2014). A monomodal distribution was observed for all treatments, meaning it presented a representative sample peak, accompanied by a "shoulder".

It was observed that particle size was significantly influenced by the matrix components content with values greater than D [3,2] from 1000nm obtained for microparticles with 19g cashew gum and 1g galactomannan (Figure 2). The production of larger particles in the presence of higher galactomannan concentrations may be related to this polysaccharide's ability to form high viscosity solutions. Galactomannans produce high viscosity aqueous solutions even at low concentrations, which make them commercially useful, mainly as thickening agents (Azero & Andrade, 1999). According to (Shamaei, et al. 2017), particle size in the atomization process depends on the droplet

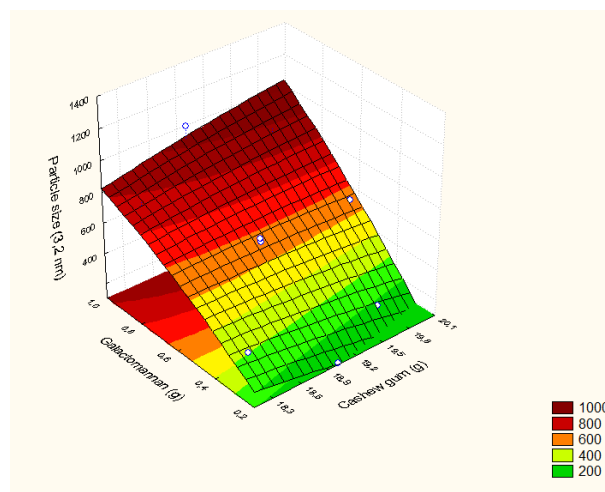
size of the emulsion to be atomized. On the other hand, droplet size is affected by the viscosity characteristics and physical properties of the source material. Therefore, the higher the liquid viscosity is, the larger the droplets formed during atomization, and consequently a larger particle size (Masters, 1991). In addition to this, the presence of larger particles can also be attributed to an agglomeration process, where the formation of intra and inter molecular bonds leads to the formation of larger particles (Tonon, et al. 2008).

Although the relationship between particle size and encapsulation efficiency of flavors and volatile oils is not yet evident, it has been reported that larger particle sizes result in an increase in encapsulation efficiency (Jafari, et al., 2008). However, very large particles are difficult to dissolve, possibly affecting the product’s sensory characteristics. Smaller particles produced by atomization result in a larger surface area, which may lead to a greater amount of surface oil. It can also result in very little dispersion, especially in cold water, which forms lumps on the liquid’s surface (Anwar & Kunz, 2011). Size control of the spray dried particles is an important factor due to its great influence on appearance, flowability and dispersibility (Reineccius, 2004).

Figure 2. Response surface of particle size D [3,2] as powder obtained by spray drying using different amounts of galactomannan and cashew gum.

$$\text{Model} = 566.60 - 10.48 (x_1) - 16.34 (x_1)^2 + 582.78 (x_2) - 47.67(x_2)^2 + 116.44(x_1) \cdot (x_2)$$

$$R^2=0.98$$



3.3.3 Efficiency of microparticle formation

3.3.3.1 Retention Efficiency

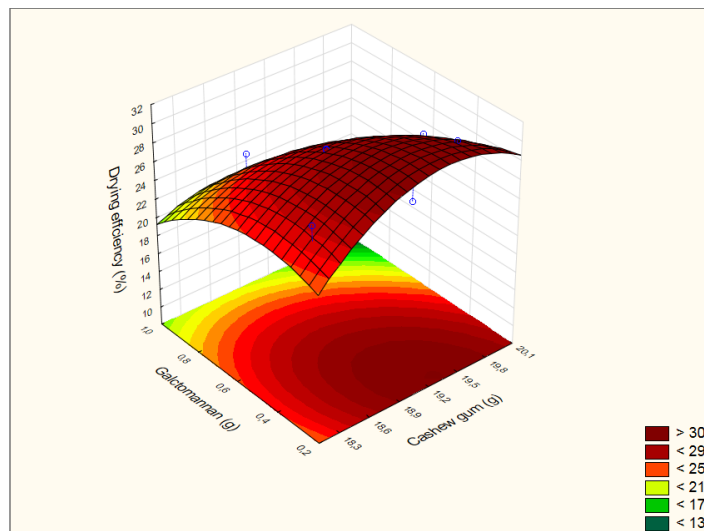
During atomization microencapsulation it is important to avoid volatile losses, which means to have efficient retention. This information can be granted by the retention efficiency, which is the amount of oil in the particle after the encapsulation process in relation to the initial amount of oil added to the emulsion (Jafari, He, & Bhandari, 2007b; a Soottitantawat et al., 2003). With basis of this result, one can (for example) change the characteristics of the drying process in a way that favors greater oil retention.

The best retention efficiency responses were obtained in the polysaccharide content range of 0.2 to 0.4g for galactomannan and 18.9 to 19.8g for cashew gum (Figure 3). Within this range, 0.4g for galactomannan and 19.4g for cashew gum were selected, with the aim to use a significant amount of the galactomannan polysaccharide. In addition to being a hemicellulose and a source of dietary fiber, it has interesting thickening, emulsifying, stabilizing, and film-forming capacity at low concentrations, which contributes to better retention of nucleus material (Buriti et al., 2014; Cerqueira et al., 2011; Thombre & Gide, 2013).

Figure 3. Response surface of drying efficiency obtained by *spray drying* with different amounts of galactomannan and cashew gum.

$$\text{Model} = 28.72 + 0.60 (x_1) 4.50 (x_1)^2 - 6.84 (x_2) - 3.16 (x_2)^2 - 2.81(x_1) \cdot (x_2)$$

$$R^2 = 0,90$$



It was observed that very high and very low concentrations of both polysaccharides led to a low retention efficiency of rosemary essential oil. This is because oil retention in microencapsulation through the atomization process is influenced by the formation of a semipermeable layer on the droplets' surface. High solution viscosities can result in greater loss of volatiles, since drop dehydration will be more time-consuming. Therefore, it is ideal to find an optimum viscosity for each wall material (Reineccius, 2004).

Another important factor for volatile retention during spray drying is the solids content in the emulsion (R. V. de B. Fernandes et al., 2016). A high solids content increases volatile retention by reducing the time required to form a semipermeable membrane on the particle's surface during the drying process (Huynh, Caffin, Dykes, & Bhandari, 2008). However, the solids content should not be so high as to exceed wall material solubility. Although it is possible to atomize solutions with high solids content, the non-solubilized material will not present effective encapsulating action; thus, a lesser volatile retention will be observed in the drying process. Moreover, high solids contents can result in high-viscosity solutions, which in addition to increasing the time required for particle formation in the spray-dryer, can also result in the production of particles of undesirable size and shape, thereby compromising the atomization process, possibly degrading nucleus constituents (Reineccius, 2004).

3.3.3.2 Encapsulation Efficiency

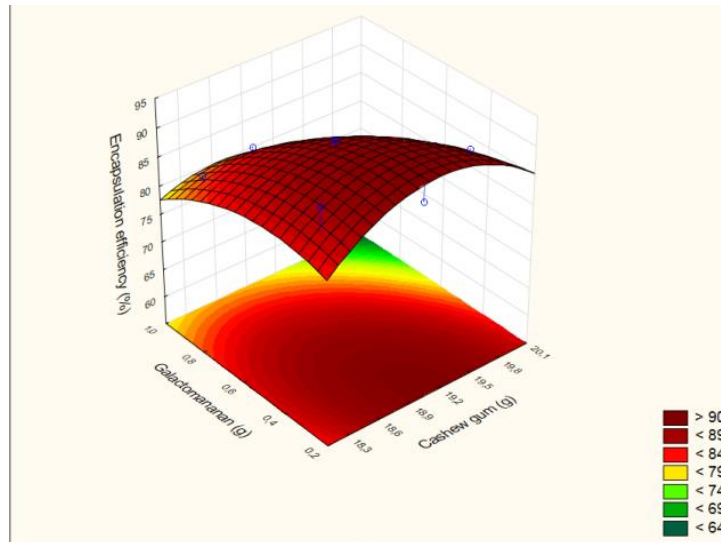
One of the most important quality parameters for the encapsulation of essential oil is the encapsulation efficiency defined by the amount of oil effectively encapsulated, meaning inside the particle, since the presence of oil on the surface of the powder can make it oxidation prone, leading to powder quality deterioration (Fernandes, Borges, & Botrel, 2014). Moreover, surface oil may decrease powder wettability and render it less soluble in water (Edris, Kalemba, Adamiec, & Piaotkowski, 2016).

The combinations of wall materials influenced encapsulation efficiency. It was observed that encapsulation efficiency of the formed particles varied according to the content of the matrix components in the values of 0.2 to 0.4g galactomannan and 18.9 to 19.4g cashew gum, respectively (Figure 4).

Figure 4. Response surface of drying efficiency obtained by *spray drying* with different amounts of galactomannan and cashew gum.

$$\text{Model} = 89.66 - 2.15 (x_1) - 7.74 (x_1)^2 - 9.30 (x_2) - 4.15(x_2)^2 - 3.86 (x_1) \cdot (x_2)$$

$$R^2 = 0.87$$



Encapsulation efficiency varied from 74.5% to 91.33%, which was significantly influenced by the blend content of the two matrix components. There is an ideal concentration of these polysaccharides, since encapsulation efficiency is directly affected by emulsion properties as well as solids content, viscosity and droplet size (Jafari, et al., 2008). Considering the results, the best wall material combinations were found to be 0.4% (w/v) galactomannan and 19.4% (w/v) cashew gum.

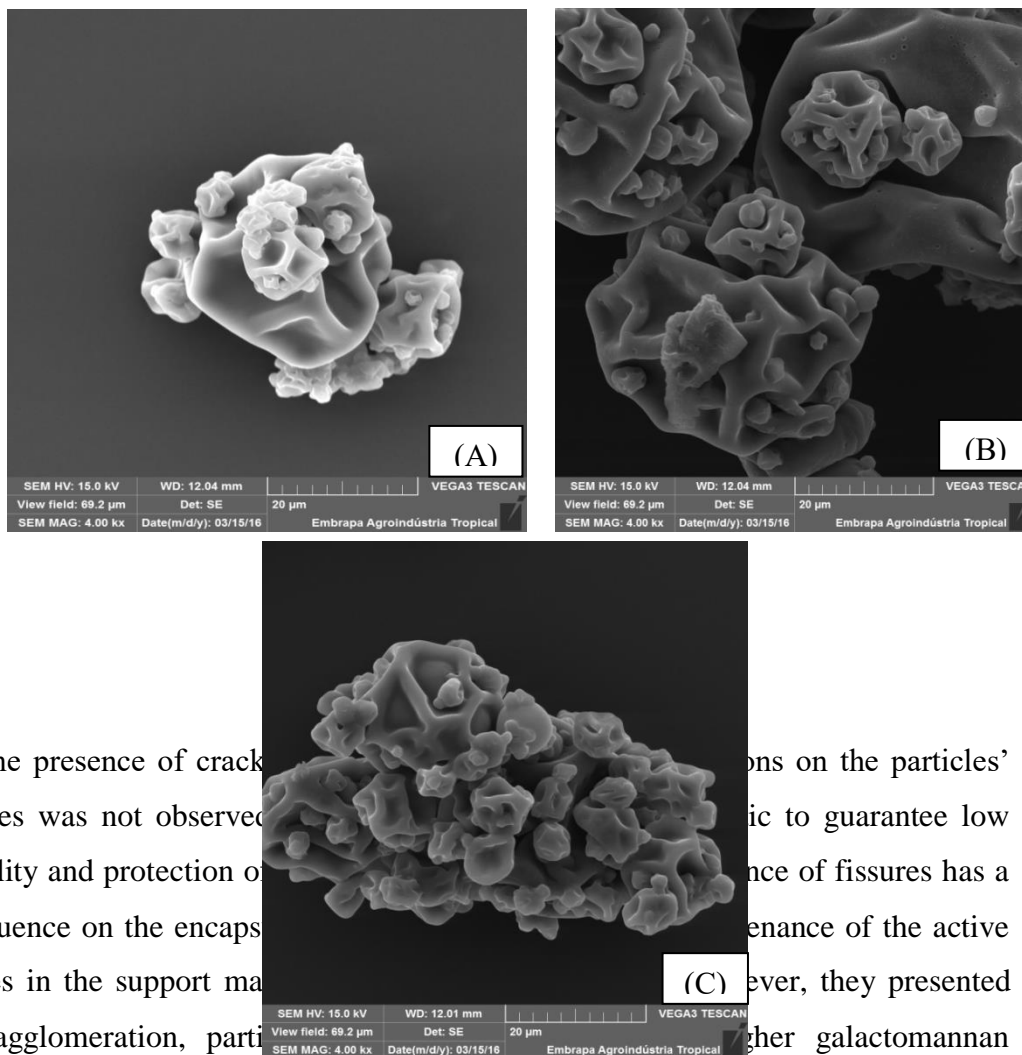
3.3.3.4 Particle morphology

The microparticles were observed by scanning electron microscopy (SEM). This technique allows visualization of the external structure of the microparticles in relation to particle integrity, homogeneity and morphology (Baranauskiené, et al. 2006).

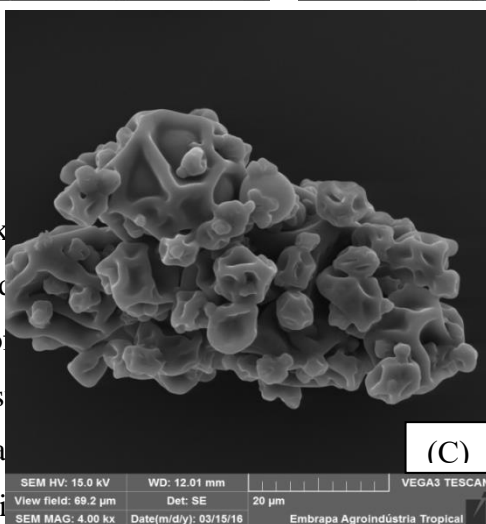
Figure 5 shows electron micrographs corresponding to the microparticles formed by spray drying. A similarity in morphology was observed, with shapes approximately spherical with roughness or teeth, heterogeneous particle sizes and a "deflated ball" aspect; a common characteristic to particles dried by atomization. According to (Ré, 1998), these irregularities (teeth) are formed when there is a slow film-forming process

during the drying of atomized droplets, associating the presence of surface depressions with the collapse suffered by the droplets during the initial period of the drying phase.

Figure 5. Micrographs obtained by scanning electron microscopy of particles produced in the following combinations of wall materials: (A) 0.2g galactomannan and 19g of cashew gum; (B) 1.0g galactomannan and 19g cashew gum; (C) 0.6g galactomannan and 19g cashew gum.



The presence of cracks on the membranes was not observed. The permeability and protection of substances in the support material were not affected. The presence of fissures has a great influence on the encapsulation efficiency. However, they presented particle agglomeration, particularly at higher galactomannan concentration.



ons on the particles' membranes was not observed. The permeability and protection of substances in the support material were not affected. The presence of fissures has a great influence on the encapsulation efficiency. However, they presented particle agglomeration, particularly at higher galactomannan concentration.

4. CONCLUSION

The increase of the galactomannan content in the blend significantly affected the viscosity and size of the emulsion particles. These differences in emulsion characteristics influenced the particles resulting from the encapsulation method, which displayed a higher retention and encapsulation efficiency as 0.4% (w/v) galactomannan and 19.4% (w/v) cashew tree gum.

References

- Andrade, C. T., Azero, E. G., Luciano, L., & Gonçalves, M. P. (1999). Solution properties of the galactomannans extracted from the seeds of *Caesalpinia pulcherrima* and *Cassia javanica*: Comparison with locust bean gum. *International Journal of Biological Macromolecules*, 26(2–3), 181–185.
[http://doi.org/10.1016/S0141-8130\(99\)00075-6](http://doi.org/10.1016/S0141-8130(99)00075-6)
- Andrade, K. C. S., Carvalho, C. W. P. de, Takeiti, C. Y., Azeredo, H. M. C. de, Corrêa, J. da S., & Caldas, C. M. (2013). Goma de cajueiro (*Anacardium occidentale*): avaliação das modificações químicas e físicas por extrusão termoplástica. *Polímeros Ciência E Tecnologia*, 23(5), 667–671.
<http://doi.org/10.4322/polimeros.2013.004>
- Anwar, S. H., & Kunz, B. (2011). The influence of drying methods on the stabilization of fish oil microcapsules: Comparison of spray granulation, spray drying, and freeze drying. *Journal of Food Engineering*, 105(2), 367–378.
<http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.02.047>
- Azero, E. G., & Andrade, C. T. (1999). Extração e caracterização da galactomanana de sementes de *caesalpinia pulcherrima*. *Polímeros*, 9(2), 54–59.
<http://doi.org/10.1590/S0104-14281999000200013>
- Babovic, N., Djilas, S., Jadranin, M., Vajs, V., Ivanovic, J., Petrovic, S., & Zizovic, I. (2010). Supercritical carbon dioxide extraction of antioxidant fractions from selected Lamiaceae herbs and their antioxidant capacity. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11(1), 98–107.
<http://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.08.013>
- Baethgen, W. E., & Alley, M. M. (1989). A manual colorimetric procedure for measuring ammonium nitrogen in soil and plant Kjeldahl digests. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 20(9–10), 961–969.
<http://doi.org/10.1080/00103628909368129>
- Baranauskienė, R., Venskutonis, P. R., Dewettinck, K., & Verhé, R. (2006). Properties of oregano (*Origanum vulgare* L.), citronella (*Cymbopogon nardus* G.) and marjoram (*Majorana hortensis* L.) flavors encapsulated into milk protein-based matrices. *Food Research International*, 39(4), 413–425.
<http://doi.org/10.1016/j.foodres.2005.09.005>
- Battista, C. A., Constenla, D., Ramírez-Rigo, M. V., & Piña, J. (2015). The use of Arabic gum, maltodextrin and surfactants in the microencapsulation of phytosterols by spray drying. *Powder Technology*, 286, 193–201.
<http://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.08.016>
- Bento, J. F., Mazzaro, I., De Almeida Silva, L. M., De Azevedo Moreira, R., Ferreira, M. L. C., Reicher, F., & De Oliveira Petkowicz, C. L. (2013). Diverse patterns of cell wall mannan/galactomannan occurrence in seeds of the Leguminosae. *Carbohydrate Polymers*, 92(1), 192–199.
<http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.08.113>

- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. V. D. B., & Lourenço Do Carmo, E. (2014). Optimization of Fish Oil Spray Drying Using a Protein:Inulin System. *Drying Technology*, 32(3), 279–290. <http://doi.org/10.1080/07373937.2013.823621>
- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. V. de B., Antoniassi, R., de Faria-Machado, A. F., Feitosa, J. P. de A., & de Paula, R. C. M. (2017). Application of cashew tree gum on the production and stability of spray-dried fish oil. *Food Chemistry*, 221, 1522–1529. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.10.141>
- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. V. de B., Viana, A. D., Costa, J. M. G. da, & Marques, G. R. (2012). Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(11), 2289–2296. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2012.03100.x>
- Buriti, F. C. A., dos Santos, K. M. O., Sombra, V. G., Maciel, J. S., Teixeira Sá, D. M. A., Salles, H. O., ... Egito, A. S. (2014). Characterisation of partially hydrolysed galactomannan from *Caesalpinia pulcherrima* seeds as a potential dietary fibre. *Food Hydrocolloids*, 35, 512–521. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.07.015>
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(4), 420–428. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.05.003>
- Cerqueira, M. A., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Martins, J. T., Souza, B. W. S., Teixeira, J. A., & Vicente, A. A. (2011). Galactomannans use in the development of edible films/coatings for food applications. *Trends in Food Science & Technology*, 22(12), 662–671. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2011.07.002>
- Cerqueira, M. A., Lima, Á. M., Teixeira, J. A., Moreira, R. A., & Vicente, A. A. (2009). Suitability of novel galactomannans as edible coatings for tropical fruits. *Journal of Food Engineering*, 94(3–4), 372–378. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2009.04.003>
- Cerqueira, M. A., Pinheiro, A. C., Souza, B. W. S., Lima, Á. M. P., Ribeiro, C., Miranda, C., ... Vicente, A. A. (2009). Extraction, purification and characterization of galactomannans from non-traditional sources. *Carbohydrate Polymers*, 75(3), 408–414. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.07.036>
- Cerqueira, M. A., Souza, B. W. S., Simões, J., Teixeira, J. A., Domingues, M. R. M., Coimbra, M. A., & Vicente, A. A. (2011). Structural and thermal characterization of galactomannans from non-conventional sources. *Carbohydrate Polymers*, 83(1), 179–185. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.07.036>
- Cerqueira, M. A., Souza, B. W. S., Teixeira, J. A., & Vicente, A. A. (2013). Utilization of Galactomannan from *Gleditsia triacanthos* in Polysaccharide-Based Films: Effects of Interactions Between Film Constituents on Film Properties. *Food and Bioprocess Technology*, 6(6), 1600–1608. <http://doi.org/10.1007/s11947-011-0753-x>
- Chen, B., Li, H., Ding, Y., & Suo, H. (2012). Formation and microstructural characterization of whey protein isolate/beet pectin coacervations by laccase

catalyzed cross-linking. *LWT - Food Science and Technology*, 47(1), 31–38. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2012.01.006>

- Comunian, T. A., Gomez-Estaca, J., Ferro-Furtado, R., Conceição, G. J. A., Moraes, I. C. F., De Castro, I. A., & Favaro-Trindade, C. S. (2016). Effect of different polysaccharides and crosslinkers on echium oil microcapsules. *Carbohydrate Polymers*, 150, 319–329. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.05.044>
- Costa, S. M. O., Rodrigues, J. F., & Paula, R. C. M. De. (1996). Monitorização do processo de purificação de gomas naturais: Goma do Cajueiro. *Polímeros: Ciência E Tecnologia*, Abr/Jun, 49–55.
- de Paula, R. C. M., & Rodrigues, J. F. (1995). Composition and rheological properties of cashew tree gum, the exudate polysaccharide from *Anacardium occidentale* L. *Carbohydrate Polymers*, 26(3), 177–181. [http://doi.org/10.1016/0144-8617\(95\)00006-S](http://doi.org/10.1016/0144-8617(95)00006-S)
- De Souza, K. C. B., Bassani, V. L., & Schapoval, E. E. S. (2007). Influence of excipients and technological process on anti-inflammatory activity of quercetin and *Achyrocline satureioides* (Lam.) D.C. extracts by oral route. *Phytomedicine*, 14(2–3), 102–108. <http://doi.org/10.1016/j.phymed.2005.10.007>
- Drusch, S., Serfert, Y., Van Den Heuvel, A., & Schwarz, K. (2006). Physicochemical characterization and oxidative stability of fish oil encapsulated in an amorphous matrix containing trehalose. *Food Research International*, 39(7), 807–815. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2006.03.003>
- Edris, A. E., Kalemba, D., Adamiec, J., & Piotkowski, M. (2016). Microencapsulation of *Nigella sativa* oleoresin by spray drying for food and nutraceutical applications. *Food Chemistry*, 204, 326–333. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.02.143>
- Favaro-Trindade, C. S., Santana, A. S., Monterrey-Quintero, E. S., Trindade, M. A., & Netto, F. M. (2010). The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate. *Food Hydrocolloids*, 24(4), 336–340. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2009.10.012>
- Fernandes, R. V. D. B., Borges, S. V., & Botrel, D. A. (2014). Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydrate Polymers*, 101(1), 524–532. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.083>
- Fernandes, R. V. de B., Borges, S. V., Botrel, D. A., & Oliveira, C. R. de. (2014). Physical and chemical properties of encapsulated rosemary essential oil by spray drying using whey protein-inulin blends as carriers. *International Journal of Food Science and Technology*, 49(6), 1522–1529. <http://doi.org/10.1111/ijfs.12449>
- Fernandes, R. V. de B., Botrel, D. A., Silva, E. K., Borges, S. V., Oliveira, C. R. de, Yoshida, M. I., ... de Paula, R. C. M. (2016). Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation. *Carbohydrate Polymers*, 153, 133–142. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07.096>
- Fernandes, R. V. de B., Silva, E. K., Borges, S. V., de Oliveira, C. R., Yoshida, M. I., da Silva, Y. F., ... Botrel, D. A. (2017). Proposing Novel Encapsulating Matrices for

- Spray-Dried Ginger Essential Oil from the Whey Protein Isolate-Inulin/Maltodextrin Blends. *Food and Bioprocess Technology*, 10(1), 115–130. <http://doi.org/10.1007/s11947-016-1803-1>
- Gachkar, L., Yadegari, D., Rezaei, M. B., Taghizadeh, M., Astaneh, S. A., & Rasooli, I. (2007). Chemical and biological characteristics of Cuminum cyminum and Rosmarinus officinalis essential oils. *Food Chemistry*, 102(3), 898–904. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.06.035>
- García, E., Gutiérrez, S., Nolasco, H., Carreón, L., & Arjona, O. (2006). Lipid composition of shark liver oil: Effects of emulsifying and microencapsulation processes. *European Food Research and Technology*, 222(5–6), 697–701. <http://doi.org/10.1007/s00217-005-0129-4>
- Gomez-Estaca, J., Comunian, T. A., Montero, P., Ferro-Furtado, R., & Favaro-Trindade, C. S. (2016). Encapsulation of an astaxanthin-containing lipid extract from shrimp waste by complex coacervation using a novel gelatin-cashew gum complex. *Food Hydrocolloids*, 61, 155–162. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.05.005>
- Huynh, T. V., Caffin, N., Dykes, G. A., & Bhandari, B. (2008). Optimization of the Microencapsulation of Lemon Myrtle Oil Using Response Surface Methodology. *Drying Technology*, 26(3), 357–368. <http://doi.org/10.1080/07373930801898182>
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., Bhandari, B., & He, Y. (2008). Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying. *Food Research International*, 41(2), 172–183. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2007.11.002>
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., He, Y., & Bhandari, B. (2008). Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. *Drying Technology*, 26(7), 816–835. <http://doi.org/10.1080/07373930802135972>
- Jafari, S. M., He, Y., & Bhandari, B. (2007a). Encapsulation of Nanoparticles of d-Limonene by Spray Drying: Role of Emulsifiers and Emulsifying Techniques. *Drying Technology*, 25(6), 1069–1079. <http://doi.org/10.1080/07373930701396758>
- Jafari, S. M., He, Y., & Bhandari, B. (2007b). Role of Powder Particle Size on the Encapsulation Efficiency of Oils during Spray Drying. *Drying Technology*, 25(6), 1081–1089. <http://doi.org/10.1080/07373930701397343>
- Jian, H.-L., Lin, X.-J., Zhang, W.-A., Zhang, W.-M., Sun, D.-F., & Jiang, J.-X. (2014). Characterization of fractional precipitation behavior of galactomannan gums with ethanol and isopropanol. *Food Hydrocolloids*, 40, 115–121. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.02.012>
- Jiang, C., Yang, S., Gan, N., Pan, H., & Liu, H. (2017). A method for determination of [Fe 3+]/[Fe 2+] ratio in superparamagnetic iron oxide. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 439, 126–134. <http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.04.073>
- Jiang, J. xin, Jian, H. lei, Cristhian, C., Zhang, W. ming, & Sun, R. cang. (2011). Structural and thermal characterization of galactomannans from genus Gleditsia seeds as potential food gum substitutes. *Journal of the Science of Food and*

- Agriculture*, 91(4), 732–737. <http://doi.org/10.1002/jsfa.4243>
- Kim, Y. D., & Morr, C. V. (1996). Microencapsulation Properties of Gum Arabic and Several Food Proteins: Spray-Dried Orange Oil Emulsion Particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(5), 1314–1320. <http://doi.org/10.1021/jf9503927>
- Larrauri, J. a., Rupérez, P., & Saura-Calixto, F. (1997). Effect of Drying Temperature on the Stability of Polyphenols and Antioxidant Activity of Red Grape Pomace Peels. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 45(4), 1390–1393. <http://doi.org/10.1021/jf960282f>
- Masters, K. (1991). *Spray Drying Handbook*. (E. L. S. & T. Burnt Mill, Harlow, Essex, Ed.) (5th ed). New York.
- Nsofor, L. M., & Osuji, C. M. (1997). Stability, rheology and chemical properties of soymilk concentrates developed from sprouted soybeans. *J. Food Sci. Technol.*, 34(33–40).
- of Official Analytical Chemists, A., & Horwitz, W. (2000). *Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists*. The Association. Retrieved from <https://books.google.com.br/books?id=WS8bAQAAMAAJ>
- Paula, R. C. M. De, Heatley, F., & Budd, P. M. (1998). Characterization of Anacardium occidentale Exudate Polysaccharide. *Polymer International*, 45(1), 27–35. [http://doi.org/Doi 10.1002/\(Sici\)1097-0126\(199801\)45:1<27::Aid-Pi900>3.0.Co;2-9](http://doi.org/Doi 10.1002/(Sici)1097-0126(199801)45:1<27::Aid-Pi900>3.0.Co;2-9)
- Pinheiro, A. C., Bourbon, A. I., Rocha, C., Ribeiro, C., Maia, J. M., Goncalves, M. P., ... Vicente, A. A. (2011). Rheological characterization of ??-carrageenan/galactomannan and xanthan/galactomannan gels: Comparison of galactomannans from non-traditional sources with conventional galactomannans. *Carbohydrate Polymers*, 83(2), 392–399. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.07.058>
- Pitombeira, N. A. O., Veras Neto, J. G., Silva, D. A., Feitosa, J. P. A., Paula, H. C. B., & De Paula, R. C. M. (2015). Self-assembled nanoparticles of acetylated cashew gum: Characterization and evaluation as potential drug carrier. *Carbohydrate Polymers*, 117, 610–615. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.09.087>
- Pollard, M. A., Eder, B., Fischer, P., & Windhab, E. J. (2010). Characterization of galactomannans isolated from legume endosperms of Caesalpinioideae and Faboideae subfamilies by multidetection aqueous SEC. *Carbohydrate Polymers*, 79(1), 70–84. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.07.028>
- Porto, B. C., & Cristianini, M. (2014). Evaluation of cashew tree gum (Anacardium occidentale L.) emulsifying properties. *LWT - Food Science and Technology*, 59(2P2). <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.03.033>
- Qian, C., & McClements, D. J. (2011). Formation of nanoemulsions stabilized by model food-grade emulsifiers using high-pressure homogenization: Factors affecting particle size. *Food Hydrocolloids*, 25(5), 1000–1008. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2010.09.017>

- Ré, M. I. (1998). MICROENCAPSULATION BY SPRAY DRYING. *Drying Technology: An International Journal Publication*, 16(6), 1195–1236. <http://doi.org/10.1080/07373939808917390>
- Reineccius, G. A. (2004). The Spray Drying of Food Flavors. *Drying Technology*, 22(6), 1289–1324. <http://doi.org/10.1081/DRT-120038731>
- Ribeiro-Santos, R., Carvalho-Costa, D., Cavaleiro, C., Costa, H. S., Albuquerque, T. G., Castilho, M. C., ... Sanches-Silva, A. (2015). A novel insight on an ancient aromatic plant: The rosemary (*Rosmarinus officinalis* L.). *Trends in Food Science and Technology*, 45(2), 355–368. <http://doi.org/10.1016/j.tifs.2015.07.015>
- Ribeiro, F. W. M., Laurentino, L. da S., Alves, C. R., Bastos, M. D. S. R., Costa, J. M. C., Canuto, K. M., & Furtado, R. F. (2015). Chemical modification of gum arabic and its application in the encapsulation of cymbopogon citratus essential oil. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(8), 1–7. <http://doi.org/10.1002/app.41519>
- Rodrigues, J. F., Paula, R. C. M. De, & Costa, S. M. O. (1993). Métodos de Isolamento de Gomas Naturais : Comparação Através da Goma do Cajueiro (*Anacardium occidentale* L). *Polímeros: Ciência E Tecnologia*, 16, 31–36.
- Rutz, J. K., Zambiasi, R. C., Borges, C. D., Krumreich, F. D., Da Luz, S. R., Hartwig, N., & Da Rosa, C. G. (2013). Microencapsulation of purple Brazilian cherry juice in xanthan, tara gums and xanthan-tara hydrogel matrixes. *Carbohydrate Polymers*, 98(2), 1256–1265. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.07.058>
- Salvalaggio, M. de O., de Freitas, R. A., Franquetto, E. M., Koop, H. S., & Silveira, J. L. M. (2015). Influence of the extraction time on macromolecular parameters of galactomannans. *Carbohydrate Polymers*, 116, 200–6. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.05.036>
- Schorsch, C., Garnier, C., & Doublier, J.-L. (1997). Viscoelastic properties of xanthangalactomannan mixtures: comparison of guar gum with locust bean gum. *Carbohydrate Polymers*, 34(3), 165–175. [http://doi.org/10.1016/S0144-8617\(97\)00095-7](http://doi.org/10.1016/S0144-8617(97)00095-7)
- Shamaei, S., Seiedlou, S. S., Aghbashlo, M., Tsotsas, E., & Kharaghani, A. (2017). Microencapsulation of walnut oil by spray drying: Effects of wall material and drying conditions on physicochemical properties of microcapsules. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 39, 101–112. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.11.011>
- Silva, E. K., & Meireles, M. A. A. (2015). Influence of the degree of inulin polymerization on the ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil. *Carbohydrate Polymers*, 133, 578–586. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.07.025>
- Sootitawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., & Linko, P. (2005). Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(1), 107–114. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2004.09.003>
- Sootitawat, a, Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., & Linko, P. (2003).

Microencapsulation by Spray Drying : Influence of Emulsion Size on the retention of volatile compounds. *Food Engineering and Physical Properties*, 68(7), 2256–2262. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb05756.x>

Souza, A. C. R. (2014). *Contribuição para o uso da goma de cajueiro como um insumo industrial*. Universidade Federal do Ceará.

Souza, N. D. G., Freire, R. M., Cunha, A. P., da Silva, M. A. S., Mazzetto, S. E., Sombra, A. S. B., ... Fechine, P. B. A. (2015). New magnetic nanobiocomposite based in galactomannan/glycerol and superparamagnetic nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 156, 113–120. <http://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2015.02.033>

Thombre, N. A., & Gide, P. S. (2013). Rheological characterization of galactomannans extracted from seeds of *Caesalpinia pulcherrima*. *Carbohydrate Polymers*, 94(1), 547–54. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.051>

Tonon, R. V., Brabet, C., & Hubinger, M. D. (2008). Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 88(3), 411–418. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.02.029>

Tontul, I., & Topuz, A. (2014). Influence of emulsion composition and ultrasonication time on flaxseed oil powder properties. *Powder Technology*, 264, 54–60. <http://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.05.002>

Torquato, D. S., Ferreira, M. L., Sá, G. C., Brito, E. S., Pinto, G. A. S., & Azevedo, E. H. F. (2004). Evaluation of antimicrobial activity of cashew tree gum. *World Journal of Microbiology and Biotechnology*, 20(5), 505–507. <http://doi.org/10.1023/B:WIBI.0000040407.90110.c5>

Turasan, H., Sahin, S., & Sumnu, G. (2015). LWT - Food Science and Technology Encapsulation of rosemary essential oil. *LWT - Food Science and Technology*, 64(1), 112–119. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.05.036>

Yang, J., Xiao, J. X., & Ding, L. Z. (2009). An investigation into the application of konjac glucomannan as a flavor encapsulant. *European Food Research and Technology*, 229(3), 467–474. <http://doi.org/10.1007/s00217-009-1084-2>

**ARTIGO QUE AINDA NÃO FOI CORRIGIDO TOTALMENTE REVER A
CORREÇÃO**

ARTIGO 2: blenda de galactomanana e goma de cajueiro para o Encapsulamento de óleo essencial de alecrim

Galactomannan and cashew gum blend for encapsulation of essential rosemary oil

Luana Guabiraba Mendes^a Francisco Rogênio da Silva Mendes^a, Roselayne Ferro Furtado^b, Gabrielle Albuquerque Freire^c José Maria Correia da Costa^d, Nádia Accioly Pinto Nogueira^e, Renato A. Moreira^f.

^aState University of Ceará, Avenida Dr.Silas Munguba 1700-Campus Itaperi, CEP:60740-000- Fortaleza, CE – Brazil

^b Food Packaging Laboratory, Embrapa Agroindústria Tropical. Rua Dr. Sara Mesquita, 2270 - Pici, Fortaleza - CE, Brazil, CEP 60511-110, (85) 3391-7100.

^c Department of Chemistry, State University of Cear_a, Avenida Dr. Silas Muguba, 1700-Campus do Itaperi, 60740-000 Fortaleza-CE, Brazil.

^dDepartment of Food Engineering, Federal University of Ceará, Campus do Pici, Bloco 858, 60356-000, Fortaleza-CE, Brazil.

^e Pharmaceutical Sciences Program, Federal University of Ceará, Rua Capitão Francisco Pedro 1210, RodolfoTeófilo, CEP 60430-370, Fortaleza-CE – Brazil

^f University of Fortaleza Av. Washington Soares, 1321 Edson Queiroz, CEP 60811-905 - Fortaleza, CE – Brazil (085) 3477-3199.

Resumo

A busca por novas matrizes encapsulantes a partir de blendas de biopolímeros está em ascensão como veículo de drogas e de outras substâncias de interesse para as indústrias farmacêuticas e alimentícias. O objetivo deste trabalho foi avaliar o uso de blenda de galactomanana e goma de cajueiro reticulada (GAL/GC Reticulada) com trimetafosfato de sódio no encapsulamento de óleo essencial de alecrim. Óleo essencial foi emulsionado numa solução de GAL e GC, a qual foi reticulada e submetida a spray drying para o encapsulamento do óleo. As emulsões foram caracterizadas quanto ao tamanho das gotas e ao comportamento reológico. As partículas obtidas após encapsulamento foram avaliadas quanto à umidade, solubilidade, tamanho de partícula, eficiência de encapsulamento e morfologia. O efeito do encapsulamento sobre a atividade antimicrobiana e a composição química dos voláteis do óleo essencial de alecrim foi também avaliado. Os resultados indicaram que GAL/GC Reticulada aumentou a viscosidade da emulsão e afetou significativamente a eficiência de encapsulação e liberação do óleo quando comparado ao uso da GC isoladamente. A composição de óleo recuperado a partir de partículas mostrou ser bastante semelhante ao do óleo puro, e não foi demonstrada degradação dos constituintes pelo processo de microencapsulação. O óleo recuperado a partir de GAL/GC Reticulada e GC reticulada manteve sua atividade antimicrobiana. A blenda binária apresentou melhores resultados para o encapsulamento e liberação do óleo que a matriz de goma de cajueiro reticulada.

1 INTRODUÇÃO

Blendas combinam características de polímeros individuais que contribuem para o aumento da eficiência de encapsulamento e proteção do material núcleo. Polissacarídeos obtidos de exsudatos e sementes de plantas têm sido bastante estudados como matrizes de encapsulamento (Botrel et al., 2017; Souza et al., 2015; Rutz et al., 2013) e a combinação desses pode resultar em novos encapsulantes de substâncias bioativas inclusive de natureza hidrofóbica.

Goma de cajueiro (GC) é um exsudato de *Anacardium occidentale*, constituído por uma cadeia principal de β -D-galactose (1 \rightarrow 3) associada a cadeias laterais de galactose e glicose (Pitombeira et al., 2015) e tem aproximadamente 6% de complexo polissacarídeo-proteína (Paula & Rodrigues, 1995). Alguns estudos (Oliveira, Paula, & Paula, 2014; Fernandes et al., 2016b) reportaram que blendas de goma de cajueiro com outros polissacarídeos melhoraram a eficiência do encapsulamento de óleos essenciais.

As galactomananas (GAL) são polissacarídeos neutros, compostos por uma cadeia linear de resíduos de manose unidas por ligações glicosídicas β (1 \rightarrow 4), à qual resíduos de galactose estão unidos por ligações do tipo α (1 \rightarrow 6). As GAL são facilmente encontradas em endosperma de sementes de leguminosas e apresentam propriedades espessantes e estabilizantes. São hidrocolóides não tóxicos e não absorvíveis pelo trato gastrointestinal sendo consideradas fibra alimentar não solúvel (Buriti et al., 2014; Cerqueira et al., 2011; Jian et al., 2014; Jiang et al.; Pinheiro et al., 2011). É também um polissacarídeo bastante viscoso em solução aquosa e poderia melhorar características de emulsão preparada a partir de goma de cajueiro de modo a favorecer o encapsulamento por atomização.

Na formação de partículas por encapsulamento, polissacarídeos naturais podem ser modificados com substâncias químicas, para alterar suas características buscando ganhos ao final do processo. Reticulação química traz uma série de alterações na estrutura da goma “in natura”, originando um novo material com características muitas vezes diferentes do material de origem. Esse processo pode trazer vários benefícios para o encapsulamento como tornar a parede da matriz das partículas mais rígidas, melhorando a resistência mecânica e térmica e assim proporcionando uma melhor retenção e proteção do composto bioativo (Prata, et al., 2008; Ribeiro et al., 2015). Trimetafosfato de sódio (TMFS) é um sal de baixo custo, já utilizado em alimentos e

considerado um agente reticulante efetivo para diversas gomas (Muhammad, et al., 2000; Ribeiro et al., 2015).

Óleo essencial de Rosmarinus officinalis L. (alecrim) são aromatizantes e sua atividade antioxidante justifica o seu uso em uma ampla gama de aplicações, inclusive em conservação de alimentos (Hamre, Kolås, & Sandnes, 2010), na composição de cosméticos (Lee et al., 2011) e na formulação de produtos nutracêuticos e fitomedicinais (Ibarra, et al., 2010). Na indústria de alimentos, o alecrim é uma erva muito frequentemente usada e seus extratos são adicionados a alguns produtos para melhorar a estabilidade oxidativa e as propriedades organolépticas (Sui et al., 2012). No entanto, como outros óleos, o óleo essencial de alecrim é sensível a fatores externos como calor, luz e oxigênio (Huynh, Caffin, Dykes, & Bhandari, 2008). Por esta razão a microencapsulação é uma alternativa para proporcionar maior proteção e estabilidade físico-química do óleo essencial de alecrim

Neste trabalho blenda de GAL/ GC como encapsulantes de óleo essencial de alecrim foi avaliada e as propriedades físico-químicas e morfológicas das partículas produzidas foram comparadas a matriz de GC isoladamente.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis*) foi adquirido da empresa (Ferquima Ind. e Com. Ltda, Vargem Grande Paulista, Brasil). GC foi obtida do Campus experimental da Embrapa Agroindústria Tropical e as sementes *Caesalpinia pulcherrima* (galactomananas) foram coletadas na região metropolitana de Fortaleza e identificadas no Herbário Prisco Bezerra (números de exicatas 563667- *Caesalpinia pulcherrima*). Todos os reagentes químicos utilizados foram de grau analítico.

2.2 Preparo das emulsões

As emulsões foram preparadas de acordo com Ribeiro et al. (2015) com algumas modificações. Inicialmente, GC e GAL foram dissolvidas em água destilada e mantidas sob agitação magnética por 12 horas a temperatura ambiente. A solução foi homogeneizada com Ultra-Turrax (IKA, T25 digital) a 20.000 rpm durante 1min e dispersas em ultrassom a 40 x de amplitude e 1 ciclo por 30seg. Em seguida, foram

adicionados 5% (v/ m) do óleo essencial de alecrim, e 6% (m/v) do agente de reticulação, TMFS, e agitou-se durante 30 min em pH 12 (usou-se NaOH 2M para o ajuste do pH). Após esse período, a solução foi neutralizada para pH 7 (usou-se HCL 2 M para o ajuste do pH). Os emulsificantes Tween 80 e Span 80 foram usados segundo o balanço Hidrofílico-Lipofílico (valor HLB= 7,0) baseado na concentração de óleo essencial utilizado na formulação. A emulsão foi novamente homogeneizada com Ultra-Turrax (IKA, T25 digital) a 14.000 rpm por 5min. Para cada tratamento foi preparado 1000 mL de emulsão (Tabela 1). A tabela 1 descreve a relação dos materiais utilizados em cada experimento.

Tabela 1. Descrição de cada tratamento utilizado no processo de atomização.

Tratamentos	Material de parede (g.100 mL de solução)			Núcleo (g.100mL de solução)
	Goma de Cajueiro	Galactomanana	TMFS	Óleo de alecrim
GAL/GC reticulada	19,4	0,4	6	5
GC reticulada	19,8	---	6	5

GAL/GC reticulada: galactomanana e goma de cajueiro reticulada

GC Reticulada: goma de cajueiro reticulada

TMFS: trimetafosfato de sódio

2.3 Caracterização das emulsões

2.3.1 Viscosidade das emulsões

O comportamento reológico das amostras foi determinado através de um reômetro rotacional de cilindros concêntricos tipo Searle da Brookfield, modelo R/S plus SST 2000. As medidas foram feitas na temperatura de 25 °C, a qual foi ajustada através de um banho termostático acoplado ao equipamento. O equipamento forneceu os dados de tensão de cisalhamento e taxa de deformação através do software RHEO V 2.8. As análises reológicas foram obtidas com variação da taxa de deformação de 0 a 500 s⁻¹ (curva ascendente), com um tempo de 1 minuto e leitura de 25 pontos para cada curva. As curvas de fluxo foram obtidas a partir da tensão de cisalhamento (τ) *versus* taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$) e os parâmetros reológicos de índice de pseudoplasticidade (k) e viscosidade (η) foram obtidos pelos modelos da Lei da Potência de acordo com a equação abaixo.

$$\tau = k \cdot \gamma' ^n \text{ (Equação 8)}$$

2.3.2 Microscopia ótica das gotas das emulsões

Uma gota da emulsão foi misturada a uma gota de água destilada sobre uma lâmina de vidro e uma lamínula de vidro foi colocada sobre a amostra. A análise foi realizada usando um microscópio óptico JENVAL (Carl Zeiss) equipado com câmera de vídeo. Os tamanhos das gotas nas imagens foram avaliadas utilizando o programa Image J e realizada a medição do tamanho de 50 micropartículas.

2.4 Encapsulamento por atomização

As emulsões foram submetidas a um spray-dryer (modelo MSD 1.0; Labmaq do Brasil, Ribeirão Preto, Brasil) equipado com bico pulverizador de 1,2 mm diâmetro de duplo fluído. A temperatura do ar de entrada utilizada foi de 170 °C a vazão de alimentação aplicada foi de 0,50 L.h⁻¹ e o fluxo de ar de 4, 2 m³ /min.

2.5 Caracterização das partículas atomizadas

2.5.1 Teor de Umidade

O teor de umidade do material encapsulado foi determinado pelo método da Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2007). O teor de umidade foi calculado (%) com base na perda de peso após a secagem em estufa a 105 °C até peso constante.

2.5.2 Higroscopicidade

A higroscopicidade foi determinada baseada no método proposto por Cai & Corke (2000) com algumas modificações. As amostras de pó de cada tratamento (aproximadamente 1 g) foram colocadas em dessecador contendo solução saturada de NaCl (75% de umidade relativa) a 25 °C. Após uma semana, as amostras foram pesadas e a higroscopicidade foi expressa como gramas de umidade adsorvida por 100 g de sólidos secos (g.100 g⁻¹).

2.5.3 Solubilidade em água

A solubilidade das amostras foi determinada segundo a metodologia modificada descrita por Cano-Chauca et al. (2005). Para a análise, 0,25g de amostra foram adicionados a 25 mL de água destilada. A solução foi centrifugada a 3000 RPM por 5 min e descartado o precipitado. Em seguida, 20 mL do sobrenadante foram secos em estufa de circulação de ar a 105 °C por 5h. A solubilidade foi calculada pela diferença de massa final e inicial e os resultados expressos em percentual de solubilidade.

2.5.4 Distribuição do tamanho das partículas

A distribuição do tamanho de partículas foi analisada usando instrumento de espalhamento de luz laser Malvern 3000 Zetasizer NanoZS (Malverne Instruments, UK). Micropartículas foram suspensas em 25 mL de álcool isopropílico (índice de refração 1,39) na razão (1:100 g mL⁻¹). O volume de 1mL foi usado para a análise de distribuição do tamanho de partículas e o diâmetro médio foi determinado considerando-se o diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume- Diâmetro de De Brouckere D[4,3] e o diâmetro médio de Sauter- D[3,2].

2.5.5 Eficiência de Encapsulação

Para medir o teor de óleo superficial foi usado o éter de petróleo como extrator (García, et al 2006; Jafari, et al 2008). O pó seco por atomização (10 g) foi disperso em 25 mL de solvente e agitados por três vezes a cada três minutos.. A dispersão foi filtrada e as partículas lavadas com 5 mL de éter de petróleo por três vezes. Ao final, o solvente orgânico foi evaporado a temperatura ambiente na capela. A massa de óleo superficial foi pesada e expressa em relação à massa inicial das partículas utilizadas. O conteúdo de óleo total foi determinado pelo aparelho Clevenger por 3 horas, utilizando 10g de pó encapsulado em 250 mL de água destilada e multiplicado por sua densidade (0,915g/mL).

A eficiência de encapsulação foi calculada usando a seguinte fórmula:

$$\%EE=[(\text{óleo total}-\text{óleo superficial}) / \text{óleo total}]\times 100$$

2.5.6 Morfologia das partículas

A morfologia das partículas foi avaliada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). As partículas foram aderidas a uma fita adesiva dupla-face e montadas sobre *stubs* do microscópio com um diâmetro de 1 cm e altura de 1 cm. As amostras foram então cobertas com uma fina camada de ouro por sputtering e examinadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV Zeiss DSM, modelo 940). O MEV foi operado a 15 kv com magnitude de imagem de 6700 x.

2.5.7 Análise química do óleo encapsulado

Óleo essencial de alecrim puro e extraído das micropartículas foram diluídos em hexano PA (10 µL: 990 µL) e analisados por meio de um cromatógrafo gasoso com espectrometria de massa CG-EM Agilent modelo GC-7890B /MSD-5977A (quadrupolo). As condições do equipamento foram as seguintes: impacto de elétrons a 70 eV, coluna HP-5MS metilpolisiloxano (30 m x 0,25 mm x 0,25 µm, Agilent), gás carreador hélio com fluxo 1,00 mL.min⁻¹ (8,8 psi) e velocidade linear constante de 36,8 cm.s⁻¹, temperatura do injetor 250 °C, temperatura do detector 150 °C. Programação do forno cromatográfico: temperatura inicial de 70 °C, com rampa de aquecimento de 4 °C.min⁻¹ até 180 °C e acréscimo de 10 °C/min até 250 °C ao término da corrida (34,5 min). A identificação dos compostos foi realizada pela análise dos padrões de fragmentação exibidos nos espectros de massas com aqueles presentes na base de dados fornecidos pelo equipamento (NIST versão 2.0 de 2012 – 243.893 compostos) e de dados da literatura.

2.5.8 Liberação do óleo essencial de alecrim

A liberação do óleo essencial ao longo do tempo foi monitorada através da hidrodestilação das microcápsulas em aparelho do tipo Clevenger. As microcápsulas foram filtradas à vácuo e lavadas triplamente com éter de petróleo para a retirada do

óleo essencial não microencapsulado. A extração do óleo essencial realizou-se por 180 minutos e a cada 20 minutos foi determinado o volume da extração do óleo essencial de alecrim.

2.5.9 Determinação da concentração mínima inibitória (CMI)

A CMI do óleo essencial *Rosmarinus officinalis* sobre *S. aureus*, *E.coli*, *Salmonella*, *P.aeruginosa* foi realizada pelo método de microdiluição em caldo de cultura Brain Heart Infusion (BHI) de acordo com a metodologia descrita pelo CLSI(2009). Cada microplaca com 96 poços de fundo redondo, estéril e com tampas apropriadas foi destinada a análise de um microrganismo. Foi utilizado como controle positivo Clorexidina. Em cada um dos poços das placas de microdiluição foram inseridos 100µL de caldo BHI, 20µL de emulsão do óleo essencial em diferentes concentrações e 80 µL da suspensão microbiana na placa de microdiluição. As microplacas foram incubadas por 24 horas em estufa bacteriológica a 37 °C. Após esse período foi realizada a inspeção visual do crescimento microbiano. A CMI foi considerada a menor concentração de óleo essencial capaz de inibir o crescimento das cepas testadas, constatado pela ausência de turvação visível de crescimento microbiano.

2.6. Análise estatística

A análise de variância foi realizada utilizando-se o software Statistica 10 (Stat Soft. Inc., Tulsa, EUA) As comparações entre as médias de três repetições foram realizadas por meio do teste de Tukey em nível de 5% de probabilidade ($p < 0,05$).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização das emulsões

3.1.1. Viscosidade das emulsões

A viscosidade da emulsão desempenha um papel importante na eficiência de encapsulamento e da retenção de óleo (Bakry et al., 2016). A viscosidade aparente da

emulsão da blenda de galactomanana e goma de cajueiro reticulada foi maior que a goma de cajueiro reticulada, sendo de 0,130 Pa.s e 0,020 Pa.s, respectivamente (Tabela 2). A alta viscosidade da galactomanana *Caesalpinia pulcherrima* está especialmente relacionada à razão manose / galactose a qual influencia sua viscosidade intrínseca e sua massa molecular. Também é provável que ligações de hidrogênio intra e inter-molecular também possam causar agregação e contribuir ainda mais para o aumento da viscosidade (Cerqueira et al., 2009; Mendes et al., 2017; Pollard, et al., 2010).

A viscosidade da emulsão pode afetar a eficiência da encapsulação por induzir acirculação de gotículas de óleo internas durante atomização, melhorando a retenção de óleo e diminuindo a perda dos compostos voláteis. No entanto, se a viscosidade aumenta de forma exagerada, a retenção de óleo pode diminuir devido à formação de gotículas mais lentas e maior exposição durante a atomização (Botrel, et al., 2014; Jafari et al., 2008b). De acordo com Battista et al. (2015), a viscosidade do líquido na alimentação da secagem deve ser inferior a 300 mPa.s para garantir uma boa atomização. No presente estudo, todas as emulsões tiveram viscosidade inferior a esta faixa. As emulsões neste trabalho apresentaram índice de comportamento de fluxo ($n < 1$) sendo considerado um fluido pseudoplástico (Tabela 2). O comportamento de fluídos pseudoplásticos deve-se ao maior alinhamento das moléculas em direção ao fluxo formado, induzindo a maior fluidez do líquido e menor atrito (Nsofor & Osuji, 1997).

Tabela 2. Parâmetros reológicos obtidos utilizando o modelo da lei de potência para as emulsões de galactomanana e goma de cajueiro (GAL / GC reticulada) e goma de cajueiro (GC reticulada)

Tratamentos	Comportamento reológico		
	Coefficiente de consistência, K (Pa.s)	Índice de comportamento de fluxo, n	R ²
GAL / GC reticulada	0,13±0,006	0,64±0,008	0,99
GC reticulada	0,02±0,000	0,78±0,006	0,99

(K) índice de consistência; (n) índice de comportamento de fluxo; (R²) coeficiente de regressão linear.

3.1.2. Microscopia ótica das emulsões

Para sistemas óleo em água, a dispersão e o tamanho das gotículas de óleo na emulsão são cruciais para a qualidade dos produtos secos por atomização (Wang et al., 2016). A Figura 1 mostra a microscopia das emulsões obtidas a partir da blenda e da goma de cajueiro, ambas reticuladas.

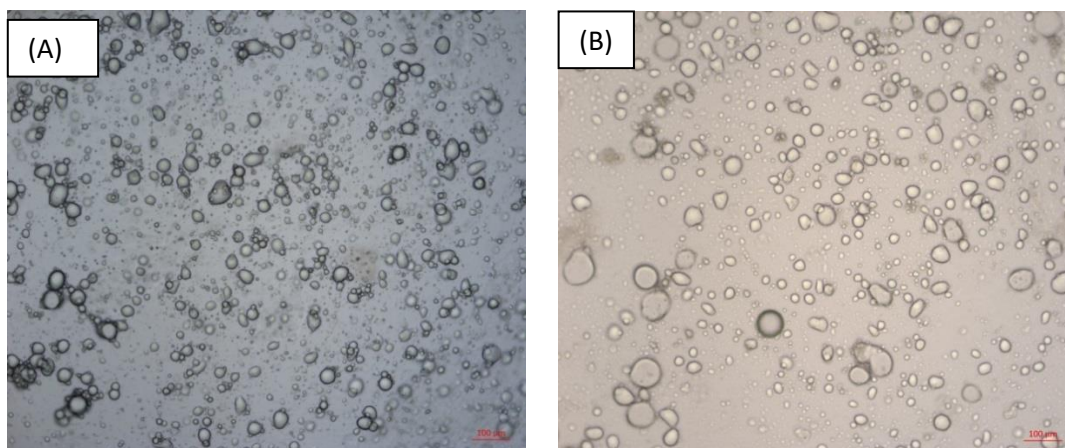


Figura 1. Microscopia ótica das emulsões a partir de (A) GAL /GC reticulada e (B) GC reticulada

Gotas da emulsão de GAL/GC reticulada encontraram-se mais dispersas, arredondadas com cerca de $4,18 \pm 0,37(\mu\text{m})$. Entretanto, na emulsão de GC reticulada observou-se uma possível coalescência das gotas com tamanhos de cerca de $17,32 \pm 2,3(\mu\text{m})$ e ainda distribuição desuniforme. Emulsões com gotículas de menor tamanho apresentam maior área superficial e, por conseguinte, maior viscosidade da emulsão (Cortés-Muñoz, Chevalier-Lucia, & Dumay, 2009). Esta característica influencia a estabilidade da emulsão e ocasiona uma menor eficiência de encapsulação. Emulsões com maior viscosidade formam rapidamente uma crosta em volta das gotículas durante a secagem por reduzir os movimentos de circulação no interior da partícula o que acarreta melhor retenção de voláteis (Jafari et al., 2008b).

A instabilidade física, tais como a cremação e a floculação afetam o tamanho das gotas na emulsão (Kim & Morr, 1996). Nas emulsões observadas neste estudo, verificou-se a presença de dois processos de desestabilização: floculação e coalescência, ambos processos de agregação de gotículas. A diferença entre eles é que na floculação, as gotículas se juntam para formar um agregado, sem a perda de sua integridade individual de gota, enquanto que na coalescência, as gotículas se fundem para formar uma única gota maior. No estudo das emulsões GAL/GC reticulada verificou-se um comportamento de instabilidade por floculação, entretanto as emulsões de GC reticulada tiveram um comportamento de coalescência. As galactomananas possuem características gelificante, espessantes e estabilizadores de emulsões (Srivastava & Kapoor, 2005) que podem diminuir a mobilidade das gotículas e reduzir a coalescência das gotas (Jafari, et al., 2013; Silva, et al., 2015).

3.3 Caracterização das partículas

O estudo das propriedades de reconstituição das partículas é necessário em produtos alimentares, a fim de compreender o seu comportamento durante o processamento, transformação, comercialização e consumo do produto final (Fernandes et al., 2016a). Estas propriedades são influenciadas pelo tamanho de partícula e morfologia além da presença de óleo na superfície das micropartículas (Dima, et al., 2016). Algumas características das partículas formadas estão indicadas na Tabela 3.

Tabela 3. Valores de umidade, higroscopicidade, solubilidade, distribuição do tamanho de partículas e eficiência de encapsulação de galactomana / cajueiro reticulada (GAL/GC reticulada) e GC reticulada .

Tratamentos	Umidade (%)	Higroscopicidade (%)	Solubilidade (%)	D _{4,3} (µm)	D _{3,2} (µm)	Eficiência de Encapsulação (%)
GAL/GC reticulada	1,97 ^a ±0,11	13,16 ^a ±0,29	72,25 ^a ±1,35	4,84 ^a ±0,82	4,68 ^a ±0,86	83,80 ^a ±3,63
GC reticulada	2,12 ^a ±0,45	12,82 ^a ±0,69	70,92 ^a ±1,12	1,71 ^b ±0,31	1,66 ^b ±0,30	76,18 ^b ±1,74

Letras diferentes indicam diferença significativa entre as amostras ($p \leq 0,05$).

O teor de umidade desempenha um papel significativo no estabelecimento da vida de prateleira de pós secos, portanto, um maior teor de umidade facilita o crescimento microbiano e aglomeração, que poderá afetar a estabilidade física e química e a aceitabilidade total (Goyal et al., 2015). As partículas não tiveram diferença significativa ($p > 0,05$) entre os tratamentos para umidade, apresentando teor de 1,86% para GAL/GC reticulada e 2,57% para GC reticulada (Tabela 4). Em geral, o teor de umidade de 3-4%, é a especificação mínima para a maioria dos pós secos utilizados na indústria alimentícia (Goyal et al., 2015), sendo os valores encontrados considerados baixos e dentro de um intervalo que garante uma vida útil prolongada. O conteúdo de umidade dos pós-produzidos por meio da secagem por atomização é bastante influenciado pela umidade do ar e pela temperatura do processo de secagem (Finney, Buffo, & Reineccius, 2002), variáveis estas que foram mantidas constantes. Resultados semelhantes envolvendo outros óleos essenciais foram reportados por Botrel et al. (2012) e Fernandes et al. (2012a).

A absorção de água é um fator crítico na vida de prateleira dos aromas microencapsulados, porque a água pode influenciar o processo de oxidação dos lipídios e também a perda de compostos aromatizantes. A qualidade dos alimentos conservados

depende do teor de umidade, migração e absorção de umidade pelo alimento durante o armazenamento (Fernandes, Borges, & Botrel, 2014). Não houve diferença significativa entre as duas amostras ($p > 0,05$) para a higroscopicidade das partículas, variando de 12,13% e 13,45% (Tabela 4). Para a umidade relativa utilizada neste experimento, 75% não foram observadas aglomeração ou alteração visível da estrutura dos pós. No entanto, a adsorção contínua de umidade pode resultar no “caking” dos pós por meio da formação de pontes líquidas entre as partículas de pó (Botrel, Fernandes, Borges, & Yoshida, 2014). Valores semelhantes de 9,3% a 13,9% foram encontrados na microencapsulação do óleo essencial de alecrim na secagem por pulverização usando maltodextrina e amido modificado como materiais de parede (Fernandes, Reginaldo, Vilela, & Alvarenga, 2014).

Para ser útil, os pós-utilizados como ingredientes na indústria de alimentos devem também proporcionar boa solubilidade (Fernandes et al., 2014b). A solubilidade é a última etapa de dissolução de partículas que é considerado um fator decisivo para ser analisado como qualidade dos produtos na forma de pós (Jayasundera, Adhikari, Howes, & Aldred, 2011). Óleo essencial de alecrim puro não solubiliza em água à temperatura ambiente, porém, graças ao processo de microencapsulação é possível o uso de partículas em meio aquoso. Todas as partículas foram bastante solúveis, apesar da natureza hidrofóbica do material do núcleo, produzindo resultados variando de 69,8% a 73,6% (Tabela 4). Na literatura é relatada solubilidade de 60% para o processo de *spray drying*, podendo alcançar, em alguns casos, valores de até 90%, dependendo do material biopolimérico interfacial empregado (Cano-Chauca et al., 2005). De uma forma geral, esta variável é altamente influenciada pelo tipo de carreador (Yousefi; Emam-Djomeh; Mousavi, 2011) e consequente presença de sítios hidrofílicos na estrutura da matriz. A blenda de galactomanana e goma de cajueiro reticulada e a goma de cajueiro reticulada apresentaram solubilidade estatisticamente igual ($p > 0,05$) e apresentam estruturas que facilitam a interação com a água. A solubilidade das galactomananas são influenciada pela razão Manose/Galactose na estrutura química do polissacarídeo. Em geral, quanto maior o teor em D-galactose, maior a sua solubilidade em água, entretanto a galactomanana *Cesalpinia pucherrima* apresenta a razão de 2:1. Embora o teor de galactose na estrutura química da galactomanana seja pequena, a quantidade do polissacarídeo utilizada para a formação das micropartículas não foi suficiente para influenciar a solubilidade das partículas.

O tamanho das partículas dos óleos microencapsulados é um outro fator importante, pois está associado à estabilidade e retenção dos óleos nas partículas (Tontul & Topuz, 2014). Observou-se que o tamanho das partículas foi influenciado significativamente pelo tipo de material de parede ($p < 0,05$), sendo os maiores valores encontrados quando se utilizou a blenda de galactomanana e goma de cajueiro reticulada. Esse maior tamanho das partículas formadas pela blenda pode ser explicado pela maior viscosidade da emulsão produzida neste tratamento. Emulsões com maior viscosidade apresentam maior resistência ao escoamento e, conseqüentemente, as gotas formadas durante a atomização serão maiores, o que resultará em partículas de maior tamanho (Janiszewska & Witrowa-Rajchert, 2009). A galactomanana tem a característica de ter alta viscosidade a baixas concentrações de sólidos.

O diâmetro de partículas secas por atomização de materiais depende dos métodos de atomização, propriedades dos materiais, concentração do encapsulado, da viscosidade, e das condições de secagem (Cai & Corke, 2000; Jafari, Assadpoor, He, & Bhandari, 2008a, Fernandes, Borges, Botrel, & Oliveira (2014) Diego Alvarenga Botrel et al., 2017). Embora ainda não esteja muito clara uma relação entre o tamanho de partícula e a eficiência de encapsulamento de flavours e óleos, há relatos de trabalhos que relacionam o maior tamanho de partícula a um aumento na eficiência de encapsulamento (Jafari, Assadpoor, Bhandari, et al., 2008b).

Um dos parâmetros de qualidade mais importantes para a encapsulação de óleo essencial é a eficiência de microencapsulação. Os valores de eficiência variaram de 74,42, a 87,43% e houve diferença significativa ($p < 0,05$) entre os dois tratamentos (Tabela 4). A blenda de galactomanana e goma de cajueiro reticulada como material de parede teve uma eficiência de encapsulação de 83,80%, sendo superior a da goma de cajueiro reticulada que foi 76,16%. Essa diferença da eficiência de encapsulação entre os tratamentos, provavelmente pode estar associada com a estrutura química dos polissacarídeos e sua massa molar, especialmente da galactomanana. Este polissarídeo possui uma cadeia linear de resíduos de manose unidas por ligações glicosídicas β (1 \rightarrow 4), à qual resíduos de galactose estão unidos por ligações do tipo α (1 \rightarrow 6), apresentando uma massa molar de $2,48 \times 10^6$ g/mol, bem maior do que a da goma de cajueiro, cuja estrutura química é ramificada constituído por uma cadeia principal de β -d-galactose (1 \rightarrow 3) associada a cadeias laterais de galactose e glicose com uma massa molar de $1,44 \times 10^5$ g/mol. Portanto a incorporação da galactomanana na blenda como

material de parede proporcionou uma melhor proteção do óleo essencial, devido às suas características espessante e estabilizante.

3.3..1 Morfologia das partículas

A morfologia das micropartículas de óleo essencial de alecrim é apresentada na Figura 2. Observando a morfologia externa, a maioria das micropartículas mostraram uma forma esférica, com concavidades irregulares parecidas com “crateras” e ocas conhecidas como "bola murcha", e tamanho de partículas acentuadamente diversificado, características comuns as partículas secas por atomização. De acordo com Ré (1998), as depressões superficiais são formadas devido às partículas encolherem durante a secagem e esfriamento. Não houve evidências de fissuração, porosidades, rachaduras e rompimentos nas partículas produzidas a partir dos dois tipos de matrizes, que é uma característica importante para garantir a baixa permeabilidade aos compostos voláteis e melhor proteção ao óleo essencial de alecrim contra a oxidação (Botrel et al., 2012). Ao observar as duas microestruturas externas das micropartículas, verificou-se que a blenda de galactomanana e goma de cajueiro apresentaram maior proporção de partículas esféricas com menor rugosidade. Isto provavelmente se deve ao fato, da galactomanana utilizada como matriz fornecer elasticidade a partícula durante o processo de secagem (Fernandes et al., 2016b).

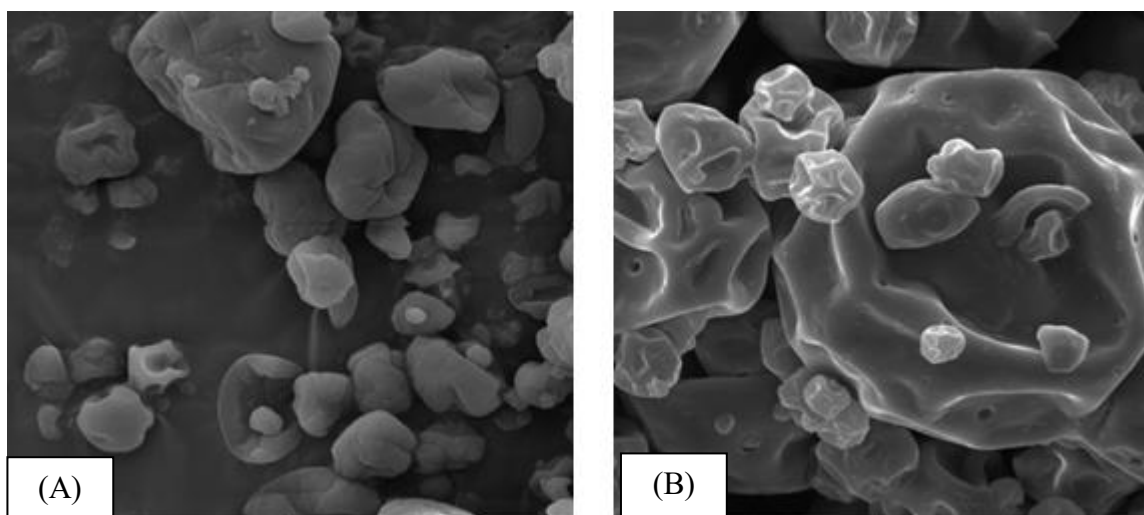


Figura 2. Micrografias eletrônicas de varredura obtidas para as partículas de óleo essencial de alecrim produzida com os seguintes materiais de parede: (A) GAL + GC Reticulada; (B) GC Reticulada;

A Figura 3 representa os principais componentes encontrados no óleo essencial de alecrim puro e do óleo recuperado das cápsulas.

As composições do óleo de alecrim puro e do óleo de alecrim encapsulado em blendas de GA/GC reticulada e GC reticulada foram bastante semelhantes, indicando a preservação destes compostos e provavelmente das características do óleo após o processo. Apenas pequenas diferenças no percentual dos componentes foram observadas. As características dos compostos aromatizados devem sempre ser avaliadas, a fim de verificar possíveis alterações na composição do óleo decorrentes do processo de encapsulamento e o impacto dessas mudanças no produto final. O componente 1,8-Cineol presente no óleo recuperado das micropartículas foi maior do que no óleo puro, possivelmente devido à concentração do mesmo em relação aos demais componentes que volatilizaram, embora em pequena quantidade. Em contraste, o percentual do nível de α -pinene no óleo puro foi mais elevado do que o encontrado no óleo recuperado nas micropartículas, indicando uma maior perda deste componente durante o processo de aquecimento de formação das partículas. No encapsulamento, os compostos hidrofóbicos voláteis que estão presentes na superfície das partículas são menos protegidos e mais sensíveis à evaporação (Baranauskiene et al., 2006). Em estudo de Fernandes et al. (2014c) foi analisado o perfil de componentes do óleo essencial de alecrim após o encapsulamento por spray dryer utilizando diferentes matrizes de encapsulamento e observada uma redução expressiva nos componentes 1,8-Cineol e β -pinene. Alguns componentes do óleo essencial de alecrim, como α -pinene, 1,8-cineol e cânfora, possuem atividades antimicrobiana e antioxidantes comprovadas, portanto, a manutenção destes compostos no óleo microencapsulado é muito importante (Santoyo et al., 2005; Baranauskiene et al., 2006).

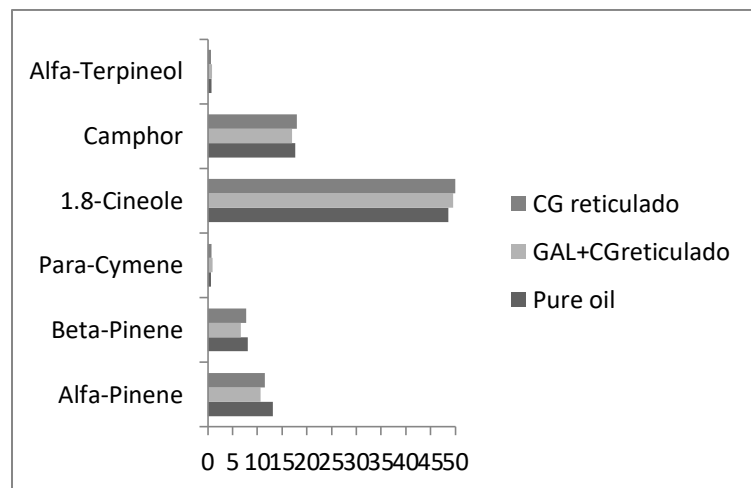


Figura 3. Percentual do perfil dos componentes majoritários do óleo essencial de alecrim por meio de um cromatógrafo gasoso com espectrometria de massa CG-EM Agilent modelo GC-7890B /MSD-5977A (quadrupolo).

3.3..3 Liberação do óleo essencial de alecrim

De modo geral, a liberação do ingrediente encapsulado depende do tipo de geometria da partícula e do agente encapsulante empregado. Estes fatores ditam o mecanismo de liberação que pode ser baseado em efeitos de solvente, difusão, degradação ou fratura. Estímulos podem acelerar a taxa de liberação do ingrediente encapsulado, tais como: mudança no pH, estresse mecânico, temperatura, atividade de enzimas, tempo, força osmótica, dentre outros (Baranauskiene et al., 2006; Desai&Park, 2005).

Usualmente a literatura reporta a quantificação da liberação de óleos essenciais por cromatografia gasosa, espectrofotometria e análise termogravimétrica (Chang, Leung, Lin, & Hsu, 2006; Hsieh, Chang, & Gao, 2006; Shaikh, Bhosale, & Singhal, 2006; Maji & Hussain, 2009; Beirão-da-Costa et al., 2013) porém neste trabalho a técnica de hidrodestilação foi utilizada para avaliar a liberação do óleo encapsulado a partir de cada matriz, com intuito de avaliar a liberação do óleo em condições aceleradas por aquecimento das micropartículas (Figura 4). Nas micropartículas de GC reticulada o ponto máximo de liberação do óleo foi aos 78 minutos e foi calculado a partir do vértice da parábola relativa à função quadrática indicada na Figura 4. Sendo assim, nos primeiros 78 minutos é onde ocorre o início do intumescimento da matriz polimérica sendo observado o “efeito burst”, este associado à solubilização rápida no

meio de liberação do agente ativo livre presente na superfície do encapsulante (Bazzo, et al., 2008). Após esse tempo, começou a decrescer acentuadamente, apresentando uma liberação tendendo a zero no tempo de 180 minutos, ou seja, completa relaxação e intumescimento da matriz polimérica e ampla difusão do agente ativo presente nas micropartículas (Bazzo et al., 2008).

Na liberação do OE a partir de micropartículas de GAL /GC reticulada, o ponto máximo de liberação do óleo foi aos 128 minutos. Após este período, houve um decréscimo dessa liberação, e ao final do tempo de 180 minutos ainda foi recuperado 0,42mL de óleo essencial de alecrim. As micropartículas formadas pela blenda de GAL/GC reticulada proporcionaram uma melhor modulação na liberação do óleo, provavelmente, devido a composição da blenda binária da matriz, ou seja, a presença de galactomanana com sua estrutura molecular maior e mais empacotada deve ter contribuído na propriedade de barreira a liberação do óleo.

Desse modo, é possível afirmar que as micropartículas de GAL/GC Reticulada apresentaram melhor retenção do óleo essencial ao longo do tempo em condições de aquecimento que GC Reticulada.

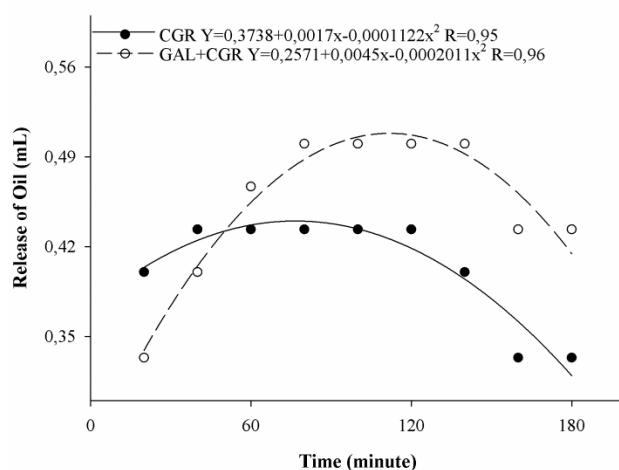


Figura 4. Perfil de liberação do óleo essencial de alecrim na hidro destilação do Clevenger a partir dos diferentes materiais de parede com aquecimento.

3.3.4 Determinação da concentração mínima inibitória (CMI)

Óleo essencial encapsulado foi recuperado das micropartículas por hidro destilação e teve sua atividade antimicrobiana comparada a do óleo essencial puro (antes da encapsulação). Os percentuais dos compostos identificados foram

apresentados na Figura 3. Na Tabela 4 são apresentados os valores da concentração mínima inibitória para o OE puro e o OE encapsulado. O percentual do composto α -pinene sofreu uma pequena redução durante o processo de encapsulamento, o que pode ter contribuído para o aumento da concentração inibitória mínima para a cepa *E.coli* após o encapsulamento, passando de 5mg/mL para 10mg/mL. Para outras cepas testadas, a concentração inibitória mínima foi igual. Este resultado indica que o óleo essencial manteve sua atividade biológica após o processo de encapsulamento. Outros trabalhos na literatura também relataram a não influência do método de encapsulamento na atividade antimicrobiana de óleos essenciais (Fernandes et al., 2008; Leimann et al., 2009),

Alguns autores afirmam que a atividade antimicrobiana do óleo essencial de alecrim está relacionada com os componentes voláteis presentes, como 1,8-cineol, cânfora, eugenol e α -pinene (Ojeda-sana, Baren, Elechosa, Juárez, & Moreno, 2013; Teixeira et al., 2013) entretanto, outros autores observaram que atividade antimicrobiana envolve apenas α -pineno e 1,8-cineol. Porém, é bastante difícil, atribuir o efeito antimicrobiano apenas a um princípios ativos, porque o óleo essencial contém uma mistura de diferentes compostos químicos e sua atividade antimicrobiana pode ser resultante de um efeito sinérgico dos seus componentes (Jiang, Wu, Fu, Wang, & Luo, 2011).

Tabela 4. Atividade antimicrobiana do OE de alecrim expressa como concentração inibitória mínima (CMI).

Amostra	<i>S.aureus</i>	<i>Pseudomonas</i>	<i>E.Coli</i>	<i>Salmonella</i>
Óleo puro	10mg/mL	10mg/mL	5mg/mL	10mg/mL
Após encapsulado por GAL/GC reticulada	10mg/mL	10mg/mL	10mg/mL	10mg/mL
Após encapsulado por GC reticulada	10mg/mL	10mg/mL	10mg/mL	10mg/mL

OE* : óleo essencial

4 CONCLUSÕES

A blenda de polissacarídeos com propriedades emulsificantes como material de parede foi vantajosa neste trabalho para o encapsulamento do óleo essencial de alecrim. Observou-se que emulsão de galactomanana e goma de cajueiro reticulada com trimetafosfato de sódio apresentou características mais desejáveis para um eficiente

encapsulamento por atomização como maior viscosidade, distribuição uniforme e tamanho menor das gotas.

A umidade, a higroscopicidade e a solubilidade das micropartículas são fatores importantes dos pós na vida de prateleira e para uso pela indústria e não foram afetadas pela incorporação da galactomanana como material de parede. Por outro lado, a presença da galactomanana aumentou o tamanho das partículas e contribuiu para melhorar a eficiência de encapsulamento e liberar mais lentamente o óleo essencial em condições de alta temperatura.

REFERÊNCIAS

- Aghbashlo, M., Mobli, H., Madadlou, A., & Rafiee, S. (2012). The correlation of wall material composition with flow characteristics and encapsulation behavior of fish oil emulsion. *Food Research International*, 49(1), 379–388. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.07.031>
- AOAC. (2007). *Official Methods of Analysis of AOAC International*. Association of Official Analysis Chemists International.
- Azero, E. G., & Andrade, C. T. (1999). Extração e caracterização da galactomanana de sementes de caesalpinia pulcherrima. *Polímeros*, 9(2), 54–59. <http://doi.org/10.1590/S0104-14281999000200013>
- Babovic, N., Djilas, S., Jadrantin, M., Vajs, V., Ivanovic, J., Petrovic, S., & Zizovic, I. (2010). Supercritical carbon dioxide extraction of antioxidant fractions from selected Lamiaceae herbs and their antioxidant capacity. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 11(1), 98–107. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2009.08.013>
- Bakry, A. M., Abbas, S., Ali, B., Majeed, H., Abouelwafa, M. Y., Mousa, A., & Liang, L. (2016). Microencapsulation of Oils: A Comprehensive Review of Benefits, Techniques, and Applications. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 15(1), 143–182. <http://doi.org/10.1111/1541-4337.12179>
- Baranauskiene, R., Venskutonis, P. R., Dewettinck, K., & Verh??, R. (2006). Properties of oregano (*Origanum vulgare* L.), citronella (*Cymbopogon nardus* G.) and marjoram (*Majorana hortensis* L.) flavors encapsulated into milk protein-based matrices. *Food Research International*, 39(4), 413–425. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2005.09.005>
- Battista, C. A., Constenla, D., Ramírez-Rigo, M. V., & Piña, J. (2015). The use of Arabic gum, maltodextrin and surfactants in the microencapsulation of

- phytosterols by spray drying. *Powder Technology*, 286, 193–201.
<http://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.08.016>
- Bazzo, G. C., Lemos-senna, E., Gonçalves, M. C., & Pires, A. T. N. (2008). Effect of Preparation Conditions on Morphology, Drug Content and Release Profiles of. *J. Braz. Chem. Soc*, 19(5), 914–921.
- Beirão-da-Costa, S., Duarte, C., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Januário, M. I. N., Vicente, A. A., ... Delgadillo, I. (2013). Inulin potential for encapsulation and controlled delivery of Oregano essential oil. *Food Hydrocolloids*, 33(2), 199–206.
<http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.03.009>
- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. V. de B., Antoniassi, R., de Faria-Machado, A. F., Feitosa, J. P. de A., & de Paula, R. C. M. (2017). Application of cashew tree gum on the production and stability of spray-dried fish oil. *Food Chemistry*, 221, 1522–1529. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2016.10.141>
- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. V. de B., Viana, A. D., Costa, J. M. G. da, & Marques, G. R. (2012). Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. *International Journal of Food Science and Technology*, 47, 2289–2296. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2012.03100.x>
- Botrel, D. A., Borges, S. V., Fernandes, R. V. de B., Viana, A. D., Costa, J. M. G. da, & Marques, G. R. (2012). Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. *International Journal of Food Science and Technology*, 47(11), 2289–2296. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2012.03100.x>
- Botrel, D. A., de Barros Fernandes, R. V., Borges, S. V., & Yoshida, M. I. (2014). Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried microparticles containing fish oil. *Food Research International*, 62, 344–352.
<http://doi.org/10.1016/j.foodres.2014.02.003>
- Buriti, F. C. A., Dos Santos, K. M. O., Sombra, V. G., Maciel, J. S., Teixeira Sá, D. M. A., Salles, H. O., ... Egito, A. S. (2014). Characterisation of partially hydrolysed galactomannan from *Caesalpinia pulcherrima* seeds as a potential dietary fibre. *Food Hydrocolloids*, 35, 512–521. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.07.015>
- Cai, Y. Z., & Corke, H. (2000). Production and Properties of Spray-dried *Amaranthus* Betacyanin Pigments. *Journal of Food Science*, 65(3600), 1248–1252.
- Cano-Chauca, M., Stringheta, P. C., Ramos, A. M., & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(4), 420–428. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2005.05.003>
- Castro, R. A. O., Monte, R. S., Mendes, L. G., Furtado, R. F., Silva, A. R. A., Biswas, A., ... Alves, C. R. (2017). Electrosynthesis and characterization of polypyrrole/cashew gum composite grown on gold surface in aqueous medium. *International Journal of Electrochemical Science*, 12(1), 50–61.
<http://doi.org/10.20964/2017.01.16>
- Cerqueira, M. A., Pinheiro, A. C., Souza, B. W. S., Lima, Á. M. P., Ribeiro, C.,

- Miranda, C., ... Vicente, A. A. (2009). Extraction, purification and characterization of galactomannans from non-traditional sources. *Carbohydrate Polymers*, 75(3), 408–414. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2008.07.036>
- Cerqueira, M. A., Souza, B. W. S., Simões, J., Teixeira, J. A., Domingues, M. R. M., Coimbra, M. A., & Vicente, A. A. (2011). Structural and thermal characterization of galactomannans from non-conventional sources. *Carbohydrate Polymers*, 83(1), 179–185. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.07.036>
- Chang, C. P., Leung, T. K., Lin, S. M., & Hsu, C. C. (2006). Release properties on gelatin-gum arabic microcapsules containing camphor oil with added polystyrene. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 50(2), 136–140. <http://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2006.04.008>
- Cortés-Muñoz, M., Chevalier-Lucia, D., & Dumay, E. (2009). Characteristics of submicron emulsions prepared by ultra-high pressure homogenisation: Effect of chilled or frozen storage. *Food Hydrocolloids*, 23(3), 640–654. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2008.07.023>
- Costa, S. B., Duarte, C., Bourbon, A. I., Pinheiro, A. C., Serra, A. T., Martins, M. M., ... Da Costa, M. L. B. (2012). Effect of the matrix system in the delivery and in vitro bioactivity of microencapsulated Oregano essential oil. *Journal of Food Engineering*, 110(2), 190–199. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.05.043>
- de Oliveira, E. F., Paula, H. C. B., & Paula, R. C. M. de. (2014). Alginate/cashew gum nanoparticles for essential oil encapsulation. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 113, 146–151. <http://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2013.08.038>
- Dima, C., Patrascu, L., Cantaragiu, A., Alexe, P., & Dima, S. (2016). The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of *Coriandrum sativum* L. essential oil from chitosan/alginate/inulin microcapsules. *Food Chemistry*, 195, 39–48. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.05.044>
- Fernandes, L. P., Candido, R. C., & Oliveira, W. P. (2012). Spray drying microencapsulation of *Lippia sidoides* extracts in carbohydrate blends. *Food and Bioproducts Processing*, 90(3), 425–432. <http://doi.org/10.1016/j.fbp.2011.12.001>
- Fernandes, L. P., Turatti, I. C. C., Lopes, N. P., Ferreira, J. C., Candido, R. C., & Oliveira, W. P. (2008). Volatile Retention and Antifungal Properties of Spray-Dried Microparticles of *Lippia sidoides* Essential Oil. *Drying Technology*, 26(12), 1534–1542. <http://doi.org/10.1080/07373930802464034>
- Fernandes, R. V. D. B., Borges, S. V., & Botrel, D. A. (2014). Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. *Carbohydrate Polymers*, 101(1), 524–532. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.09.083>
- Fernandes, R. V. de B., Borges, S. V., Botrel, D. A., & Oliveira, C. R. de. (2014). Physical and chemical properties of encapsulated rosemary essential oil by spray drying using whey protein-inulin blends as carriers. *International Journal of Food Science and Technology*, 49(6), 1522–1529. <http://doi.org/10.1111/ijfs.12449>
- Fernandes, R. V. de B., Borges, S. V., Silva, E. K., da Silva, Y. F., de Souza, H. J. B.,

- do Carmo, E. L., ... Botrel, D. A. (2016b). Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. *Industrial Crops and Products*, 94, 413–423. <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2016.09.010>
- Fernandes, R. V. de B., Botrel, D. A., Silva, E. K., Borges, S. V., Oliveira, C. R. de, Yoshida, M. I., ... de Paula, R. C. M. (2016a). Cashew gum and inulin: New alternative for ginger essential oil microencapsulation. *Carbohydrate Polymers*, 153, 133–142. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07.096>
- Fernandes, R. V. de B., Marques, G. R., Borges, S. V., & Botrel, D. A. (2014a). Effect of solids content and oil load on the microencapsulation process of rosemary essential oil. *Industrial Crops and Products*, 58, 173–181. <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.04.025>
- Finney, J., Buffo, R., & Reineccius, G. A. (2002). Effects of Type of Atomization and Processing Temperatures on the Physical Properties and Stability of Spray-Dried Flavors. *Journal of Food Science*, 67(3), 1108–1114. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2002.tb09461.x>
- Frascareli, E. C., Silva, V. M., Tonon, R. V., & Hubinger, M. D. (2012). Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. *Food and Bioprocess Technology*, 90(3), 413–424. <http://doi.org/10.1016/j.fbp.2011.12.002>
- García, E., Gutiérrez, S., Nolasco, H., Carreón, L., & Arjona, O. (2006). Lipid composition of shark liver oil: Effects of emulsifying and microencapsulation processes. *European Food Research and Technology*, 222(5–6), 697–701. <http://doi.org/10.1007/s00217-005-0129-4>
- Goyal, A., Sharma, V., Sihag, M. K., Tomar, S. K., Arora, S., Sabikhi, L., & Singh, A. K. (2015). Development and physico-chemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. *Powder Technology*, 286, 527–537. <http://doi.org/10.1016/j.powtec.2015.08.050>
- Hamre, K., Kolås, K., & Sandnes, K. (2010). Protection of fish feed, made directly from marine raw materials, with natural antioxidants. *Food Chemistry*, 119(1), 270–278. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.06.024>
- Hsieh, W. C., Chang, C. P., & Gao, Y. L. (2006). Controlled release properties of Chitosan encapsulated volatile Citronella Oil microcapsules by thermal treatments. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 53(2), 209–214. <http://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2006.09.008>
- Huynh, T. V., Caffin, N., Dykes, G. A., & Bhandari, B. (2008). Optimization of the Microencapsulation of Lemon Myrtle Oil Using Response Surface Methodology. *Drying Technology*, 26(3), 357–368. <http://doi.org/10.1080/07373930801898182>
- Ibarra, A., Cases, J., Bily, A., Bai, N., & Roller, M. (2010). Naturex Inc., South Hackensack, New Jersey, USA; 2 Naturex SA, Avignon; and 3 Naturalpha SAS, Loos, France. *Journal Of Medicinal Food*, 13(5), 1–9.
- Jafari, S. M., Assadpoor, E., Bhandari, B., & He, Y. (2008). Nano-particle

- encapsulation of fish oil by spray drying. *Food Research International*, 41(2), 172–183. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2007.11.002>
- Jafari, S. M., Assadpour, E., He, Y., & Bhandari, B. (2008). Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. *Drying Technology*, 26(7), 816–835. <http://doi.org/10.1080/07373930802135972>
- Jafari, S. M., Beheshti, P., & Assadpour, E. (2013). Emulsification properties of a novel hydrocolloid (Angum gum) for d-limonene droplets compared with Arabic gum. *International Journal of Biological Macromolecules*, 61(1), 182–188. <http://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2013.06.028>
- Janiszewska, E., & Witrowa-Rajchert, D. (2009). The influence of powder morphology on the effect of rosemary aroma microencapsulation during spray drying. *International Journal of Food Science and Technology*, 44(12), 2438–2444. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2009.02025.x>
- Jayasundera, M., Adhikari, B., Howes, T., & Aldred, P. (2011). Surface protein coverage and its implications on spray-drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation. *Food Chemistry*, 128(4), 1003–1016. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.04.006>
- Jian, H. L., Lin, X. J., Zhang, W. A., Zhang, W. M., Sun, D. F., & Jiang, J. X. (2014). Characterization of fractional precipitation behavior of galactomannan gums with ethanol and isopropanol. *Food Hydrocolloids*, 40, 115–121. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.02.012>
- Jiang, J. xin, Jian, H. lei, Cristhian, C., Zhang, W. ming, & Sun, R. cang. (2011). Structural and thermal characterization of galactomannans from genus Gleditsia seeds as potential food gum substitutes. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 91(4), 732–737. <http://doi.org/10.1002/jsfa.4243>
- Jiang, Y., Wu, N., Fu, Y., Wang, W., & Luo, M. (2011). Chemical composition and antimicrobial activity of the essential oil of Rosemary. *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 32(1), 63–68. <http://doi.org/10.1016/j.etap.2011.03.011>
- Kim, Y. D., & Morr, C. V. (1996). Microencapsulation Properties of Gum Arabic and Several Food Proteins: Spray-Dried Orange Oil Emulsion Particles. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 44(5), 1314–1320. <http://doi.org/10.1021/jf9503927>
- Lee, C. J., Chen, L. G., Chang, T. L., Ke, W. M., Lo, Y. F., & Wang, C. C. (2011). The correlation between skin-care effects and phytochemical contents in Lamiaceae plants. *Food Chemistry*, 124(3), 833–841. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.07.003>
- Leimann, F. V., Gonçalves, O. H., Machado, R. A. F., & Bolzan, A. (2009). Antimicrobial activity of microencapsulated lemongrass essential oil and the effect of experimental parameters on microcapsules size and morphology. *Materials Science and Engineering C*, 29(2), 430–436. <http://doi.org/10.1016/j.msec.2008.08.025>
- Maji, T. K., & Hussain, M. R. (2009). Microencapsulation of zanthoxylum limonella oil

- (ZLO) in genipin crosslinked chitosan-gelatin complex for mosquito repellent application. *Journal of Applied Polymer Science*, 111(2), 779–785. <http://doi.org/10.1002/app.29001>
- Mendes, F. R. S., Bastos, M. S. R., Mendes, L. G., Silva, A. R. A., Sousa, F. D., Monteiro-Moreira, A. C. O., ... Moreira, R. A. (2017). Preparation and evaluation of hemicellulose films and their blends. *Food Hydrocolloids*. <http://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.03.037>
- Muhammad, K., Hussin, F., Man, Y. C., Ghazali, H. M., & Kennedy, J. F. (2000). Effect of pH on phosphorylation of sago starch. *Carbohydrate Polymers*, 42(1), 85–90. [http://doi.org/10.1016/S0144-8617\(99\)00120-4](http://doi.org/10.1016/S0144-8617(99)00120-4)
- Murúa-Pagola, B., Beristain-Guevara, C. I., & Martínez-Bustos, F. (2009). Preparation of starch derivatives using reactive extrusion and evaluation of modified starches as shell materials for encapsulation of flavoring agents by spray drying. *Journal of Food Engineering*, 91(3), 380–386. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2008.09.035>
- Nsofor, L. M., & Osuji, C. M. (1997). Stability, rheology and chemical properties of soymilk concentrates developed from sprouted soybeans. *J. Food Sci. Technol.*, 34(33–40).
- Ojeda-sana, A. M., Baren, C. M. Van, Elechosa, M. A., Juárez, M. A., & Moreno, S. (2013). New insights into antibacterial and antioxidant activities of rosemary essential oils and their main components. *Food Control*, 31(1), 189–195. <http://doi.org/10.1016/j.foodcont.2012.09.022>
- Paula, R. C. M., & Rodrigues, J. F. (1995). Composition and rheological properties of cashew tree gum, the exudate polysaccharide from *Anacardium occidentale* L. *Carbohydrate Polymers*, 26(3), 177–181. [http://doi.org/10.1016/0144-8617\(95\)00006-S](http://doi.org/10.1016/0144-8617(95)00006-S)
- Paula, R. C. M. De, Heatley, F., & Budd, P. M. (1998). Characterization of *Anacardium occidentale* Exudate Polysaccharide. *Polymer International*, 45(1), 27–35. [http://doi.org/10.1002/\(Sici\)1097-0126\(199801\)45:1<27::Aid-Pi900>3.0.Co;2-9](http://doi.org/10.1002/(Sici)1097-0126(199801)45:1<27::Aid-Pi900>3.0.Co;2-9)
- Pinheiro, A. C., Bourbon, A. I., Rocha, C., Ribeiro, C., Maia, J. M., Gonalves, M. P., ... Vicente, A. A. (2011). Rheological characterization of ??-carrageenan/galactomannan and xanthan/galactomannan gels: Comparison of galactomannans from non-traditional sources with conventional galactomannans. *Carbohydrate Polymers*, 83(2), 392–399. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.07.058>
- Pitombeira, N. A. O., Veras Neto, J. G., Silva, D. A., Feitosa, J. P. A., Paula, H. C. B., & De Paula, R. C. M. (2015). Self-assembled nanoparticles of acetylated cashew gum: Characterization and evaluation as potential drug carrier. *Carbohydrate Polymers*, 117, 610–615. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.09.087>
- Pollard, M. A., Eder, B., Fischer, P., & Windhab, E. J. (2010). Characterization of galactomannans isolated from legume endosperms of Caesalpinioideae and Faboideae subfamilies by multidetection aqueous SEC. *Carbohydrate Polymers*, 79(1), 70–84. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.07.028>

- Prata, A. S., Zanin, M. H. A., Ré, M. I., & Grosso, C. R. F. (2008). Release properties of chemical and enzymatic crosslinked gelatin-gum Arabic microparticles containing a fluorescent probe plus vetiver essential oil. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 67(2), 171–178. <http://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2008.08.014>
- Ré, M. I. (1998). MICROENCAPSULATION BY SPRAY DRYING. *Drying Technology: An International Journal Publication*, 16(6), 1195–1236. <http://doi.org/10.1080/07373939808917390>
- Ribeiro, F. W. M., Laurentino, L. da S., Alves, C. R., Bastos, M. D. S. R., Costa, J. M. C., Canuto, K. M., & Furtado, R. F. (2015). Chemical modification of gum arabic and its application in the encapsulation of cymbopogon citratus essential oil. *Journal of Applied Polymer Science*, 132(8), 1–7. <http://doi.org/10.1002/app.41519>
- Rutz, J. K., Zambiazzi, R. C., Borges, C. D., Krumreich, F. D., Da Luz, S. R., Hartwig, N., & Da Rosa, C. G. (2013). Microencapsulation of purple Brazilian cherry juice in xanthan, tara gums and xanthan-tara hydrogel matrixes. *Carbohydrate Polymers*, 98(2), 1256–1265. <http://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.07.058>
- Santoyo, S., Cavero, S., Jaime, L., Ibanez, E., Senorans, F. J., & Reglero, G. (2005). Chemical composition and antimicrobial activity of Rosmarinus officinalis L. essential oil obtained via supercritical fluid extraction. *Journal of Food Protection*, 68(4), 790–795.
- Shaikh, J., Bhosale, R., & Singhal, R. (2006). Microencapsulation of black pepper oleoresin. *Food Chemistry*, 94(1), 105–110. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.10.056>
- Silva, E. K., Zabet, G. L., & Meireles, M. A. A. (2015). Ultrasound-assisted encapsulation of annatto seed oil: Retention and release of a bioactive compound with functional activities. *Food Research International*, 78(2015), 159–168. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.10.022>
- Sootitawat, a, Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., & Linko, P. (2003). Microencapsulation by Spray Drying : Influence of Emulsion Size on the retention of volatile compounds. *Food Engineering and Physical Properties*, 68(7), 2256–2262. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2003.tb05756.x>
- Souza, C. A. G. de, Siqueira, S. M. C., Amorim, A. F. V. de, Morais, S. M. de, Gonçalves, T., Gomes, R. N., ... Ricardo, N. M. P. S. (2015). Encapsulation of L-ascorbic acid within the natural biopolymer-galactomannan-using the spray-drying method: preparation, characterization, and evaluation of antioxidant activity. *Química Nova*, X(0), 1–7.
- Srivastava, M., & Kapoor, V. P. (2005). Seed galactomannans: An overview. *Chemistry and Biodiversity*, 2(3), 295–317. <http://doi.org/10.1002/cbdv.200590013>
- Sui, X., Liu, T., Ma, C., Yang, L., Zu, Y., Zhang, L., & Wang, H. (2012). Microwave irradiation to pretreat rosemary (Rosmarinus officinalis L.) for maintaining antioxidant content during storage and to extract essential oil simultaneously. *Food Chemistry*, 131(4), 1399–1405. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2011.10.007>
- Teixeira, B., Marques, A., Ramos, C., Neng, N. R., Nogueira, J. M. F., Saraiva, J. A., &

- Nunes, M. L. (2013). Chemical composition and antibacterial and antioxidant properties of commercial essential oils. *Industrial Crops and Products*, 43(1), 587–595. <http://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.07.069>
- Tontul, I., & Topuz, A. (2014). Influence of emulsion composition and ultrasonication time on flaxseed oil powder properties. *Powder Technology*, 264, 54–60. <http://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.05.002>
- Turasan, H., Sahin, S., & Sumnu, G. (2015). LWT - Food Science and Technology Encapsulation of rosemary essential oil. *LWT - Food Science and Technology*, 64(1), 112–119. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2015.05.036>
- Wang, C., Zhang, J., Wang, Y., Niu, C., Ma, R., Wang, Y., ... Yao, B. (2016). Biochemical characterization of an acidophilic β -mannanase from *Gloeophyllum trabeum* CBS900.73 with significant transglycosylation activity and feed digesting ability. *Food Chemistry*, 197(Pt A), 474–81. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2015.10.115>
- Yousefi, S., Emam-Djomeh, Z., & Mousavi, S. M. (2011). Effect of carrier type and spray drying on the physicochemical properties of powdered and reconstituted pomegranate juice (*Punica Granatum* L.). *Journal of Food Science and Technology*, 48(6), 677–684. <http://doi.org/10.1007/s13197-010-0195-x>

CONCLUSÃO GERAL

A avaliação da utilização da galactomanana como material complementar da goma de cajueiro se mostrou uma possibilidade viável, visto que melhorou algumas propriedades das partículas como eficiência de encapsulação e melhor retenção do óleo essencial ao longo do tempo. A adição de carboidratos como materiais de parede formando uma blenda é necessária para melhorar as características das emulsões e também as propriedades de secagem das partículas pela formação de um filme protetor.

O uso da galctomanana, um polissacarídeo neutro, extraído do endosperma da *Caesalpinia pulcherrima* foi avaliado neste trabalho. Seu uso como material de parede em processo de microencapsulação pode ser considerado como uma alternativa. A disponibilidade deste polissacarídeo no Brasil é grande, visto que é uma planta que se adapta e produz semente o ano todo no estado do Ceará.

APÊNDICE

ARTIGO 1

Tabela 1. Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para distribuição do tamanho das gotas da emulsão.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F _{calc}	p-valor
Regressão	0,193175	3	0,064391667		
Resíduos	0,056672	7	0,008096	7,95	0,05
Total	0,249847	10			

Tabela 2. Efeitos e interações calculadas para a resposta do tamanho das gotas de acordo com o DCCR.

Fatores	Coeficientes de regressão	Erro padrao	t (5)	p -valor	Limite de confiança (- 95%)	Limite de confiança (95%)
Media	8,320405	0,061140	136,0883	0,000000	8,163240	8,477570
CG (L)	0,106239	0,075034	1,4159	0,215979	-0,086643	0,299120
CG(Q)	-0,008053	0,089806	-0,0897	0,932026	-0,238908	0,222801
Gal (L)	0,290170	0,074502	3,8948	0,011469	0,098656	0,481684
Gal(Q)	0,023461	0,087725	0,2674	0,799816	-0,202043	0,248964
CGx Gal	-0,004904	0,105898	-0,0463	0,964859	-0,277124	0,267317

Fonte: Elaborada pelo autor

Tabela 3. Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para tamanho de partículas do pó d (3,2).

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F _{calc}	p-valor
Regressão	696266,4	3	232088,8		
Resíduos	13440,7	7	1920,1	120,87	0,05
Total	709707,1	10			

Tabela 4. Efeitos e interações calculadas para a resposta do tamanho de partículas d(3,2) de acordo com o DCCR.

Fatores	Coefficientes de regressão	Erro padrao	t (5)	p -valor	Limite de confiança (- 95%)	Limite de confiança (95%)
Media	556,6080	29,93399	18,92859	0,000000	489,660	643,558
CG (L)	-10,4856	36,66149	-0,28601	0,786340	-104,727	83,7558
CG(Q)	-16,3461	43,63591	-0,37460	0,723318	-128,516	95,8235
Gal (L)	582,7819	36,66149	15,89629	0,000018	488,541	677,0233
Gal(Q)	-47,6791	43,63591	-1,09266	0,324372	-159,849	64,4905
CGx Gal	116,4445	51,84718	2,24592	0,074658	-16,833	249,7219

Fonte: Elaborada pelo autor

Tabela 5. Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para a eficiência de secagem.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	Fcalc	p-valor
Regressão	136,2082	3	45,4027		
Resíduos	15,7215	7	2,2459	20,21	0,05
Total	151,9297	10			

Tabela 6. Efeitos e interações calculadas para a resposta da eficiência de secagem de acordo com o DCCR.

Fatores	Coefficientes de regressão	Erro padrao	t (5)	p -valor	Limite de confiança (- 95%)	Limite de confiança (95%)
Media	28,72901	1,022566	28,09501	0,000000	26,1004	31,35760
CG (L)	0,60675	1,252383	0,48448	0,648525	-2,6126	3,82610
CG(Q)	-4,50912	1,490633	-3,02497	0,029249	-8,3409	-0,67732
Gal (L)	-6,84700	1,252383	-5,46718	0,002787	-10,0664	-3,62765
Gal(Q)	-3,16137	1,490633	-2,12082	0,087415	-6,9932	0,67043
CGx Gal	-2,80579	1,771136	-1,58417	0,174007	-7,3586	1,74707

Fonte: Elaborada pelo autor

Tabela 7. Análise de variância (ANOVA) do modelo ajustado para a eficiência de encapsulação.

Fonte de variação	Soma de quadrados	Graus de liberdade	Quadrado Médio	F _{calc}	p-valor
Regressão	287,5476	3	95,8492		
Resíduos	42,3111	7	6,044442857	15,86	0,05
Total	329,8587	10			

Tabela 8. Efeitos e interações calculadas para a resposta da eficiência de encapsulação de acordo com o DCCR.

Fatores	Coefficientes de regressão	Erro padrão	t (5)	p -valor	Limite de confiança (- 95%)	Limite de confiança (95%)
Media	89,66000	1,679505	53,38477	0,000000	85,3427	93,97731
CG (L)	-2,15674	2,056965	-1,04851	0,342420	-7,4443	3,13086
CG(Q)	-7,74125	2,448278	-3,16192	0,025041	-14,0348	-1,44775
Gal (L)	-9,30815	2,056965	-4,52519	0,006253	-14,5957	-4,02055
Gal(Q)	-4,15625	2,448278	-1,69762	0,150337	-10,4498	2,13725
CG x Gal	-3,86000	2,908988	-1,32692	0,241901	-11,3378	3,61779

Fonte: Elaborada pelo autor

ARTIGO 2

Tabela 1. Análise de variância dos tratamentos (GAL/GC reticulada, GC reticulada) para liberação do óleo essencial por 180 minutos através da hidrodestilação.

FV	GL	Soma dos Quadrados (SQ)	Quadrado médio (QM)	F
Tratamentos	1	0.03130	0.03130	3.1887 ^{ns}
Resíduo (a)	4	0.03926	0.00981	
Parcelas	5	0.07056		
Tempo	8	0.08000	0.01000	9.3913*
Interação de Trat e Tempo	8	0.04370	0.00546	5.1304*
Resíduos (b)	32	0.03407	0.00106	
Total	53	0.22833		