



XXV Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos

Alimentação: a árvore que sustenta a vida

X CIGR Section IV International Technical Symposium

Food: the tree that sustains life

24 a 27 de outubro de 2016 • FAURGS • GRAMADO/RS

## INFLUÊNCIA DE PARÂMETROS DO SPRAY-DRYER NO PROCESSO DE MICROENCAPSULAÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE ALECRIM

L.G.Mendes<sup>1</sup>, F.R.S.Mendes<sup>1</sup>, L.C.Ribeiro<sup>2</sup>, J.M.C da Costa<sup>2</sup>, M.A. Nascimento<sup>3</sup>,  
R.F.Furtado<sup>4</sup>, R.A.Moreira<sup>5</sup>

1-Doutorando(a) em Biotecnologia (Renorbio) – Universidade Estadual do Ceará– CEP: 60740-000– Fortaleza-CE-Brasil, Telefone:(85)31019645 - e-mail: ([luanagmendes@gmail.com](mailto:luanagmendes@gmail.com); [rogenio10@yahoo.com.br](mailto:rogenio10@yahoo.com.br))

2- Departamento de Tecnologia de Alimentos-Universidade Federal do Ceará-CEP: 60440-900- Fortaleza, CE – Brasil Telefone (85) 33669254,e-mail:([ribeiro.lucianac@gmail.com](mailto:ribeiro.lucianac@gmail.com); [correiacostaufc@gmail.com](mailto:correiacostaufc@gmail.com))

3- Mestranda em Recursos Naturais – Universidade Estadual do Ceará, Centro de Ciência e Tecnologia – CEP: 60.714-903 – Fortaleza – CE – Brasil, Telefone: (85) 31019766 – e-mail: ([mariliabio@hotmail.com](mailto:mariliabio@hotmail.com))

4-Embrapa Agroindústria Tropical- CEP: 60511-110- Fortaleza - CE, Brasil,Telefone: (85) 3391-7100, e-mail: ([roselayne.furtado@embrapa.br](mailto:roselayne.furtado@embrapa.br))

5- Universidade de Fortaleza -CEP 60811-905 - Fortaleza, CE – Brasil, Telefone: (85) 3477-3199, e-mail: ([rmoreira@unifor.br](mailto:rmoreira@unifor.br))

**RESUMO** – A microencapsulação pela técnica de atomização tem se mostrado apropriada para a obtenção de óleo essencial em pó, promovendo a sua proteção contra os fatores ambientais e facilitando o seu uso em diversas formulações na indústria alimentícia. O presente trabalho teve o objetivo de avaliar a influência dos parâmetros de fluxo de alimentação e vazão de ar quente sobre o rendimento do processo, eficiência de encapsulação e tamanho de partícula do óleo essencial de alecrim encapsulado com goma de cajueiro como material de parede. Os resultados obtidos para um fluxo de alimentação de 0,5L.h<sup>-1</sup> sob uma temperatura de secagem de 170 °C, vazão de ar quente 3,5 m<sup>3</sup>.min<sup>-1</sup> mostraram um pó com rendimento abaixo dos outros tratamentos, porém com maior eficiência de encapsulação 14,95% e tamanho de partícula de 389,01 nm.

**ABSTRACT** – Microencapsulation for atomization has been shown feasible to obtain essential oil powder because this process promotes the protection of this active substance from environmental factors and becomes easier the use in the food industry. This work had the objective to evaluate the influence of power flow parameters and hot air flow of the atomization process on the process yield, encapsulation efficiency and particle size of rosemary essential oil microcapsules using the cashew gum as wall material. The results obtained for 0.5L.h<sup>-1</sup> feed stream at a drying temperature of 170 °C, hot air flow rate of 3.5 m<sup>3</sup> min<sup>-1</sup> showed a product with a lower yield than other treatments, however, it had a higher encapsulation efficiency of 14.95% and particle size of 389.01 nm.

**PALAVRAS-CHAVE:** óleo essencial, goma de cajueiro, atomização e parâmetros.

**KEYWORDS:** essential oil, cashew gum, atomization and parameters



## 1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a crescente demanda social por produtos alimentícios com propriedades biológicas benéficas para a qualidade de vida provenientes de produtos naturais, aliada a preocupação do setor industrial de atender a essa exigência, tem impulsionado a comunidade científica a buscar novas tecnologias. Produtos com propriedade antioxidante, além dos efeitos benéficos a saúde dos consumidores, aumentam a vida de prateleira dos produtos. Neste contexto, destaca-se a espécie *Rosmarinus officinalis L.* cultivada em quase todo o território brasileiro, popularmente conhecida como alecrim marcante por seu aroma forte e agradável (Miraldi *et al.*, 2010; Takayama *et al.*, 2016). O óleo essencial de alecrim pode ser adicionado ao peixe cozido, carne, aves domésticas, carne de porco, sopas, ensopados, molhos, molhos, conservas e compotas (Peter, 2012).

Alguns dos desafios do uso de óleos essenciais são sua elevada volatilidade e susceptibilidade aos efeitos ambientais e, além disso, sua dificuldade de incorporação em soluções aquosas. Uma alternativa para este problema na indústria de alimentos, são as microcápsulas como sistemas carreadores (Gonçalves *et al.*, 2005). Microencapsulação é um processo no qual pequenas partículas são revestidas ou aprisionadas dentro de outro material de revestimento inerte, isolando e protegendo o material núcleo de fatores ambientais (Azeredo, 2005; Desai e Park, 2005; Kuang *et al.*, 2010; Zhu *et al.*, 2012; Almeida, 2013). Para a indústria de alimentos, este método tem solucionado limitações quanto ao emprego de ingredientes naturais, visto que o mesmo pode atenuar *flavors* indesejáveis, reduzir a volatilidade e a reatividade, aumentando assim, a estabilidade de compostos ativos em condições ambientais adversas (Silva *et al.*, 2013).

A técnica mais utilizada na indústria alimentícia para o processo de microencapsulação é a atomização (Ahmed *et al.*, 2010; Fuchs *et al.*, 2006; Gharsallaoui *et al.*, 2007). Essa tem sido amplamente utilizada para encapsular aromas alimentícios incluindo óleos essenciais (Yang *et al.*, 2009; Ribeiro *et al.*, 2015;). É considerada uma técnica econômica e flexível, podendo utilizar uma variedade de matrizes encapsulantes, com boa retenção de compostos voláteis e ainda permite a produção em larga escala (Desobry e Debeaufort, 2011).

Dentre os agentes encapsulantes utilizados, as gomas são muito empregadas, por suas características químicas favoráveis, sendo polissacarídeos atóxicos, de excelente solubilidade em água, a partir de simples processos de isolamento e purificação. A goma arábica é considerada um eficiente material de parede, no entanto, o seu elevado preço e problemas de disponibilidade têm motivado a procura por substitutos total ou parcial. Nesse contexto a goma do cajueiro vem se mostrando uma importante alternativa decorrente das suas características físico-químicas, justificadas, inclusive, pela semelhança estrutural à goma arábica (Mendes, 2012).

Sendo assim, este trabalho visou estudar a microencapsulação do óleo essencial de alecrim, usando goma de cajueiro como polímero encapsulante, avaliando-se a influência dos parâmetros operacionais de *spray dryer* (fluxo de ar e vazão de alimentação) sobre o rendimento da secagem, tamanho de partícula, eficiência de encapsulação e morfologia das microcápsulas.

## 2. MATERIAL E MÉTODOS

### 2.1 Material

Óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis L.*) foi adquirido da empresa Ferquima Ind. e Com. Ltda (Vargem Grande Paulista, Brasil) e goma de cajueiro foi coletada do exsudato de *Anacardium occidentale* do Campo Experimental de Pacajus e purificada segundo a metodologia descrita por Torquato *et al.* (2004).



### Processo de encapsulamento

Goma de cajueiro (polímero encapsulante) foi solubilizada por 12 horas para garantir a completa saturação das moléculas dos polímeros, em seguida adicionou-se o óleo essencial de alecrim. A porcentagem de sólidos (material de parede) utilizada na solução de alimentação foi de 19,8% (m/m) para todos os tratamentos. A concentração de óleo essencial foi de 5% (m/m) e a emulsão foi homogeneizada no Ultra-Turrax IKA T25 basic (Wilmington, EUA) por 14.000 rpm por 5 minutos de acordo com Frascareli *et al.*, 2012.

Para os estudos de encapsulação do óleo contendo goma de cajueiro como material de parede, foi utilizado um *spray dryer* da Labmaq modelo MSD 1.0 (Ribeirão Preto, Brasil) equipado com bico atomizador de duplo fluido, com bico pulverizador de 1,2mm de diâmetro. Inicialmente, avaliou-se o efeito do fluxo de ar (3,5m<sup>3</sup> /min e 4,2 m<sup>3</sup> /min) e depois a taxa de vazão de alimentação (0,35L h<sup>-1</sup> e 0,50L h<sup>-1</sup>) sobre o rendimento de produção das microcápsulas do óleo essencial de alecrim. Nesta parte do experimento foi mantido constante o parâmetro de temperatura de entrada (170°C). Após cada corrida experimental, as amostras secas foram coletadas pela base do ciclone, embaladas em embalagens metálicas e seladas a vácuo para armazenamento a temperatura ambiente até o momento da realização das análises. A análise estatística dos resultados foi feita com auxílio do programa STATISTICA 10.0.

## 2.2 Caracterização físico-química da goma de cajueiro

A goma de cajueiro foi caracterizada quanto: a) teor de proteína segundo metodologia de Baethgen e Alley (1989), b) teor de cinza descrito por (AOAC, 2000), c) teor total de compostos fenólicos determinado pelo método de Folin-Ciocalteu (Larrauri, *et al.*, 1997) e d) solubilidade das amostras foi determinada de acordo com metodologia modificada descrita por Cano-Chauca *et al.* (2005).

## 2.3 Rendimento do processo

O rendimento do processo de atomização foi determinado pela pesagem do pó coletado na saída do *spray dryer* em relação a sua massa de matéria seca contida na amostra inicial, de acordo com a equação: O rendimento foi calculado a partir da fórmula, onde R é o rendimento em porcentagem, mf é o valor em gramas da massa das partículas obtidas no processo de encapsulação e mi é o valor em gramas da massa inicial (massa da goma).

$$\text{Equação 1: } R (\%) = mf/mi \times 100 \quad (1)$$

## 2.4 Distribuição do tamanho de partícula

A distribuição do tamanho de partícula foi medida usando instrumento de espalhamento de luz laser Malvern 3000 Zetasizer NanoZS, (Malverne Instruments, UK). Foi utilizado 0,25g do pó que foi suspenso em álcool isopropílico numa proporção 1:10 (p/v) (índice de refração: 1,39).

## 2.4 Eficiência do Encapsulamento

A eficiência de encapsulamento foi determinada pela destilação de 10 g de pó encapsulado em 250 mL de água destilada por 3 h em aparelho Clevenger (Jafari e He Bhandari, 2007). O volume do óleo foi medido e multiplicado pela sua densidade. A eficiência de encapsulamento foi definida como a razão do óleo total extraído pelo óleo inicial adicionado na emulsão e calculado pela equação 2.

$$\text{Equação 2: } EE(\%) = (\text{óleo total extraído} / \text{óleo inicial}) \times 100 \quad (2)$$



### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Caracterização da goma de cajueiro

Polissacarídeos de cajueiro podem ter diferentes características dependendo do tipo de cultivar e a influência de fatores ambientais, além do método de purificação escolhido. O polissacarídeo utilizado como agente encapsulante apresentou as características físico-químicas descritas na Tabela 1.

Tabela 1: Caracterização físico-química da goma de cajueiro.

Amostra	Proteína (%)	Cinzas (%)	Solubilidade (%)	Compostos Fenólicos (mg/100g)
Goma de Cajueiro	0,51 ± 0,07	0,7 ± 0,01	64,24 ± 0,05	77,81±0,23

Na Tabela 2 são encontrados os resultados obtidos de rendimento do processo, eficiência de encapsulação e do tamanho de partícula do pó nas diferentes condições de operação. Esses parâmetros operacionais foram escolhidos com base em trabalhos reportados na literatura utilizando esta técnica de microencapsulação. Os valores de rendimento do processo de microencapsulação do óleo essencial de alecrim variaram de 24,56% a 59,73%. Observou-se uma tendência ao aumento do rendimento no processo de atomização quando o fluxo de alimentação foi aumentado de 0,35 a 0,5 (L/h). Segundo Oliveira e Petrovick (2010) vários parâmetros operacionais do equipamento podem influenciar no processo de secagem, pois o líquido presente nas gotículas poderá ou não evaporar rapidamente. Se o líquido não evapora rapidamente há o contato com as paredes da câmara de secagem e perdas no rendimento do produto.

Tabela 2: Rendimento, Eficiência de Encapsulação e tamanho de partícula de microcápsulas do óleo essencial de alecrim em função do fluxo de alimentação (L/h) e vazão do ar quente (m<sup>3</sup>/min) do spray-dryer.

Tratamentos		Rendimento (%)	Eficiência de Encapsulação (%)	Tamanho de partícula (d.nm)
Fluxo de alimentação (L/h)	Vazão do ar quente (m <sup>3</sup> /min)			
0,35	3,5	30,25	9,39±2,61 <sup>b</sup>	201,02±14,22 <sup>d</sup>
0,50	3,5	32,89	14,94±0,07 <sup>a</sup>	389,01±44,72 <sup>c</sup>
0,35	4,2	24,56	9,36±0,02 <sup>b</sup>	1090±16,04 <sup>b</sup>
0,50	4,2	59,73	7,50±0,01 <sup>b</sup>	1342,55±85,43 <sup>a</sup>

Letras minúsculas iguais na mesma coluna indicam que não há diferença significativa entre as médias.

Os resultados de eficiência de encapsulação indicaram uma diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os tratamentos com maior valor para fluxo de alimentação de 0,50 L/h e vazão de ar quente de 3,5 m<sup>3</sup>/min provavelmente relacionado à rápida formação da membrana semipermeável, promovendo a proteção do composto, ou seja, o ar quente foi suficiente para a evaporação da água e a vazão foi adequada para a aspersão rápida da emulsão. Esta mesma condição de operação foi utilizada na microencapsulação de óleo essencial de capim usando matriz de goma arábica, obtendo elevada



eficiência de encapsulação (Ribeiro *et al.*, 2015). Neste trabalho a eficiência de encapsulação variou de 7,51% a 14,95%, valores semelhantes foram encontrados no estudo da microencapsulação do óleo essencial de alecrim utilizando a goma arábica como agente encapsulante a eficiência de encapsulação variou de 7,15% a 47,57% (Fernandes *et al.*, 2013).

Os fatores que influenciam diretamente no tamanho de partícula são a viscosidade, o conteúdo de sólidos e o fluxo de alimentação (Oliveira e Petrovick, 2009). Os resultados indicaram uma diferença significativa ( $p < 0,05$ ) para os tratamentos com tamanhos que variaram de 201,02nm a 1342,55nm. Segundo Cortés-Rojas *et al.*, (2015) o tamanho das partículas pode ser afetado pela temperatura de secagem, taxa de fluxo de alimentação, pressão e fluxo de ar de alimentação da atomização. A importância do controle do tamanho das partículas secas por atomização é um fator a ser considerado dado a influência na aparência, fluidez e dispersibilidade do produto final (Reineccius, 2004).

## 4. CONCLUSÕES

As microcápsulas obtidas por *spray drying* foram influenciadas pelo fluxo de alimentação e vazão de ar de secagem. O pó produzido a um fluxo de alimentação  $0,50\text{L h}^{-1}$  e uma vazão de ar quente  $4,2\text{ m}^3\text{ min}^{-1}$  apresentou maior rendimento por operação e menor eficiência de encapsulamento. Por conseguinte, o pó contendo óleo essencial de alecrim microencapsulado com menor vazão de ar  $3,5\text{ m}^3\text{ min}^{-1}$  apresentou maior eficiência de encapsulação.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Ahmed, M., Akter, M.S., Lee, J.C. & Eun, J.B., (2010). Encapsulation by spray drying of bioactive components, physicochemical and morphological properties from purple sweet potato. *LWT – Food Sci. Technol.* 43, 1307–1312.

AOAC - **Association of Official Analytical Chemists. Official Methods of Analysis.** 15 ed. Washington: AOAC, p. 1298, 2000.

Azeredo, H. M. C(2005). Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. *Alimentos e Nutrição, Araraquara*, v. 16, n. 1, p. 89-97.

Baethgen, W. E. & Alley, M. M. (1989). A manual colorimetric procedure for measuring ammonium nitrogen in soil and plant Kjeldahl digest. **Soil Science Plant Analysis**, North Carolina, v.20, n.9/10, p. 961-969.

Cano-Chauca, M., Stringheta, P.C., Ramos, A.M. & Cal-Vidal, J. (2005). Effect of the carriers on the microstructure of mango powder spray drying and its functional characterization. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, v.6, p.420–428.

Cortés-Rojas, D. F., Souza, C. R.F. & Oliveira, W.P (2015). Optimization of spray drying conditions for production of *Bidens pilosa* L. dried extract. *Chemical Engineering Research and Design*, v.9, p.366–376.

Desai, K. G. H.; Park, H. J.(2005). Recent developments in microencapsulation of food ingredients. *Drying Technology, London*, v. 23, n. 7, p. 1361-1394.

Desobry, S. & Debeaufort, F (2011). Encapsulation of flavors, nutraceuticals and antibacterials. In: BALDWIN, E.; HAGENMAIER, R.; BAI, J. (Ed.). Edible coatings and films to improve food quality. *2nd ed. Boca Raton: CRC*, p.333-372.

Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M. E., Ordonnaud, C & Peyrat- Maillard, M. N. al. (2006). Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidized bed



- agglomeration. *Journal of Food Engineering*, p.27e-35.
- Gharsallaoui .A; Roudaut.G.; Chambin.O.; Voilley.A,& Saurel.R (2007). Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International*, v. 40, p.1107–1121.
- Gonçalves, V. L. Laranjeira, M. C. M.; Fávere, V.; Pedroza, R. C.(2005) Effect of Crosslinking Agents on Chitosan Microspheres in Controlled Release of Diclofenac Sodium. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, v. 15, n. 1, p. 6-12.
- Jafari, S.M., He, Y. & Bhandari, B. (2007). Encapsulation of nanoparticles of d-Limonene by spray drying: role of emulsifiers and emulsifying techniques. *Drying Technology*, v.25, p.1079–1089.
- Kuang, S. S., Oliveira, J. C., & Crean, A. M. (2010). Microencapsulation as a tool for incorporating bioactive ingredients into food. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, p.951-968.
- Larrauri, J. A.; Rupérez, P. & Saura-Calixto (1997). F. Effect of drying temperature on the stability of polyphenols and antioxidant activity of red grape pomace peels. *J. Agric. Food Chem.*, v. 45, p. 1390-1393.
- Mendes.L.G (2012). *Microencapsulação do corante natural de urucum: uma análise da eficiência da goma do cajueiro como material de parede*. (Dissertação de Mestrado).Universidade Federal do Ceará.
- Miraldi, E.,Giachetti, D.,Mazzoni, G.;& Biagi, M (2010). 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.
- Oliveira,O.W.& Petrovick ,P.R. (2010).Revisão Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais:base e aplicações.*Brazilian Journal of Pharmacognosy* ,v.20,p.641-650.
- Peter, K. V. (2012). Introduction to herbs and spices: medicinal uses and sustainable production. In K. V. Peter (Ed.), *Handbook of herbs and spices*, p.1-15.
- Reineccius, G. A (2004).Spray-drying of food flavors. *Drying Technology*, v. 6,p.1289– 1324.
- Rosenberg, M.; Young, S. L (1993). Whey protein as microencapsulating agents, microencapsulation of anhydrous milkfat: structure evaluation. *Food Structure, Chicago*, v. 12, n. 1, p. 31-41.
- Silva, F. C.; Fonseca, C. R.; AlencaR, S. M.; Thomazini, M.; Balieiro, J. C. C.; Pittia, P.& Fávero-Trindade, C. S(2013). Assessment of production efficiency, physicochemical properties and storage stability of spray-dried própolis, a natural food additive, using gum Arabic and OSA starch-based Carrier systems. *Food and Bioproducts Processing*, v. 91, p. 28-36, 2013.
- Takayama,C.,Faria,F.M.,Almeida,A.C.A.,Dunder,R.J.,Manzo,L.P.,Socca,E.A.R.,Batista,L.M.,Salvado M.J.,Brito,A.R.M.S.,&Ferreira,A.L.(2016).Chemical 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* <http://dx.doi.org/10.1016/j.apjtb.2015.09.027>.
- Yang, J.; Xiao, J.& Ding, L (2009). An investigation into the application of konjac glucomannan as a flavor encapsulant. *European Food Research and Technology*, v. 229, n. 3, p. 467-47.
- Zhu, G., Xiao, Z., Zhou, R., & Yi, F. (2012). Fragrance and flavor microencapsulation technology. *Advanced Materials Research*, p.440-445.