



UNIVERSIDADE ESTADUAL DO CEARÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS NATURAIS
MESTRADO ACADÊMICO EM CIÊNCIAS NATURAIS

AMANDA BATISTA NASCIMENTO

APLICAÇÃO DE AMIDO MODIFICADO E EXTRATO DE SOJA NA
MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DE CANOLA POR COACERVAÇÃO
COMPLEXA

FORTALEZA – CEARÁ

2023

AMANDA BATISTA NASCIMENTO

APLICAÇÃO DE AMIDO MODIFICADO E EXTRATO DE SOJA NA
MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DE CANOLA POR COACERVAÇÃO COMPLEXA

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado Acadêmico em Ciências Naturais do Programa de Pós-Graduação em Ciências Naturais do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciências Naturais. Área de concentração: Aproveitamento de Recursos Naturais

Orientador: Profa. Dra. Roselayne Ferro Furtado

FORTALEZA – CEARÁ

2023

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
Universidade Estadual do Ceará
Sistema de Bibliotecas

Nascimento, Amanda Batista.

Aplicação de amido modificado e extrato de soja na microencapsulação de óleo de canola por coacervação complexa [recurso eletrônico] / Amanda Batista Nascimento. - 2023.

59 f. : il.

Dissertação (MESTRADO ACADÊMICO) - Universidade Estadual do Ceará, Centro de Ciências e Tecnologia, Curso de Programa de Pós-graduação Em Ciências Naturais - Mestrado, Fortaleza, 2023.

Orientação: Prof.^a Dra. Roselayne Ferro Furtado.

1. Polímero catiônico. 2. Polímero aniônico. 3. Alimento. 4. Encapsulamento. I. Título.

AMANDA BATISTA NASCIMENTO

APLICAÇÃO DE AMIDO MODIFICADO E EXTRATO DE SOJA NA
MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DE CANOLA POR COACERVAÇÃO COMPLEXA

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado Acadêmico em Ciências Naturais do Programa de Pós-Graduação em Ciências Naturais do Centro de Ciências e Tecnologia da Universidade Estadual do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciências Naturais. Área de concentração: Aproveitamento de Recursos Naturais.

Aprovada em 10 de fevereiro de 2023

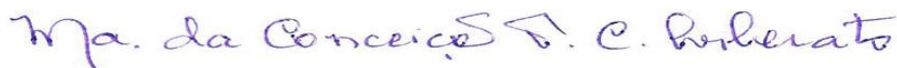
BANCA EXAMINADORA



Prof.^a Dra. Roselayne Ferro Furtado
Universidade Estadual do Ceará - UECE



Prof.^a Dra. Lucina de Siqueira Oliveira
Universidade Federal do Ceará - UFC



Prof.^a Dra. Maria da Conceição Tavares Cavalcanti Liberato
Universidade Estadual do Ceará- UECE

À Deus e minha família por todo apoio. Cada conquista é por vocês.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por me conceder forças para seguir até aqui, mesmo em meio a todas as dificuldades. Agradeço a minha família por todo apoio, por acreditar e apoiar em todos os momentos. Agradeço aos amigos que se fizeram presentes no decorrer desses dois anos, ajudando efetivamente na elaboração deste trabalho e também em todo apoio dado.

Agradeço a empresa Horizonte® Amidos por ceder as amostras de amido de mandioca modificado. Agradeço as meninas do laboratório de Embalagens da Embrapa, a minha orientadora Dra. Roselayne Ferro Furtado, e a todos que contribuíram de alguma forma na finalização desta pesquisa.

RESUMO

A microencapsulação por coacervação complexa é uma alternativa para minimizar a degradação de óleos vegetais. O óleo de canola apresenta elevados níveis de ácidos graxos monoinsaturados, os quais podem ajudar na diminuição do colesterol total do sangue, atuando, principalmente, na redução de colesterol ruim. O objetivo do presente estudo foi otimizar as condições de formação de microcápsulas de óleo de canola utilizando como material de parede amido de mandioca modificado e extrato de soja. As microcápsulas foram formadas utilizando a técnica de coacervação complexa e inicialmente, foram preparadas diluições das soluções de extrato de soja (ES) e amido modificado aniônico (AA) em proporções de 1:100 mL (v/v), na faixa de pH de 2,5 a 6,0. A partir dos resultados da análise do potencial zeta foi estimada a proporção de cada biopolímero para a formação da microcápsula a base de extrato de soja (catiônico)/amido de mandioca (aniônico). A quantidade de óleo a ser utilizada também foi otimizada. Posteriormente, as micropartículas foram secas em estufa e em liofilizador. As micropartículas foram caracterizadas quanto ao rendimento, solubilidade, eficiência de encapsulamento, liberação controlada do óleo e intumescimento. O tamanho e a morfologia foram analisados por microscopia óptica. Melhores resultados foram encontrados para os tratamentos submetidos à secagem por liofilização que apresentaram eficiência de encapsulamento do óleo de canola de 92,22% (pH 4/1g de óleo) e 85,95% (pH 5- 0,5 g de óleo), tamanho de partículas variando entre 2,38 μm (pH 5 – 0,5g de óleo) e 2,88 μm (pH 4 – 0,5g de óleo) capacidade de intumescimento em 24h variando de 43,80% (pH 5,0 – 1g de óleo) e 42,73% (pH 5,0 – 0,5g de óleo) e baixa solubilidade nas amostras secas por liofilização. Essas apresentaram ainda melhor estabilidade térmica e sofreram degradação em temperatura maior que aquelas secas em estufa. O estudo demonstrou a melhor condição encontrada para microencapsular o óleo de canola comercial, utilizando extrato de soja e amido de mandioca modificada.

Palavras-chaves: Polímero catiônico. Polímero aniônico. Alimento. Encapsulamento

ABSTRACT

Microencapsulation by complex coacervation is an alternative to minimize degradation of vegetal oil. Canola oil has high levels of monounsaturated fats, which can reduce total blood cholesterol, mainly in reducing bad cholesterol. The objective of the present study was to optimize the conditions for the formation of canola oil microcapsules using modified cassava starch and soybean extract as wall material. The microcapsules were formed using the complex coacervation technique and initially, dilutions of soy extract (ES) and anionic modified starch (AA) solutions were prepared in proportions of 1:100 mL (v/v), in the pH range of 2.5 to 6.0. Based on the results of the zeta potential analysis, the proportion of each biopolymer for the formation of the microcapsule based on soy extract (cationic)/cassava starch (anionic) was estimated. The amount of oil to be used has also been optimised. Subsequently, the microparticles were dried in an oven and in a lyophilizer. The microparticles were identified for yield, solubility, encapsulation efficiency, controlled oil release and swelling. Size and morphology were analyzed by light microscopy. Better results were found for treatments treated with freeze-drying which demonstrated canola oil encapsulation efficiency of 92.22% (pH 4/1g of oil) and 85.95% (pH 5- 0.5 g of oil) , particle size varying between 2.38 μm (pH 5 – 0.5g of oil) and 2.88 μm (pH 4 – 0.5g of oil) swelling capacity in 24h ranging from 43.80% (pH 5, 0 – 1g of oil) and 42.73% (pH 5.0 – 0.5g of oil) and low solubility. These showed even better thermal stability and protected at a higher temperature than those dried in an oven. In this study, the best condition to microencapsulate commercial canola oil was found using soy extract and modified cassava starch.

Keywords: Cationic polymer. Anionic polymer. Food. Encapsulation.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 –	Espécie Brassicanapus L.var. oleífera.....	14
Figura 2 –	Espécie Brassicanapus L.var. oleífera.....	14
Figura 3 –	Estrutura molecular dos ácidos oleico e linolênico.....	15
Figura 4 –	Fórmula estrutural do amido.....	16
Figura 5 –	Representação esquemática das etapas do processo de microencapsulação por coacervação.....	23
Tabela 1 –	Conteúdo de gorduras e ácidos graxos em óleo de canola.....	15
Tabela 2 –	Uso de amido como material de parede, por diferentes autores.....	18
Tabela 3 –	Uso de isolado e concentrado proteico de soja no encapsulamento de diferentes materiais.....	20

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	10
2	OBJETIVOS	12
2.1	Objetivo Geral.....	12
2.2	Objetivos específicos.....	12
3	REFERENCIAL TEÓRICO.....	13
3.1	Óleo de canola.....	13
3.2	Amido e modificações.....	16
3.3	Proteína de soja.....	18
3.3.1	Tratamento químico em proteínas vegetais.....	20
3.4	Microencapsulação.....	21
3.5	Coacervação complexa.....	23
4	ARTIGOS.....	25
4.1	Artigo 1	25
5	CONCLUSÃO.....	50
	REFERÊNCIAS.....	51
	ANEXO A – COMPROVANTE DE SUBMISSÃO DO ARTIGO 1.....	58

1 INTRODUÇÃO

O óleo de canola é produzido a partir das sementes de variedades de espécies *Brassica nabus* e *Brassica campestris* da família das crucíferas, pertencentes ao gênero *Brassica*. Contém em torno de 7% de ácidos graxos saturados, e apresentam elevados níveis de ácidos graxos monoinsaturados, principalmente o ácido oléico (18:1, ω -9), além disso, é uma das maiores fontes de ácido linolênico (18:3, ω -3), vitamina E, polifenóis, β -caroteno (O'BRIEN, 1998).

Com a finalidade de evitar perdas nas propriedades bioativas do óleo, mascarar odores e sabores, evitar ou retardar a ocorrência da oxidação lipídica, tecnologias podem ser usadas para este fim. O microencapsulamento é uma delas, onde o composto ativo é revestido por um agente encapsulante, isolando o princípio ativo de materiais indesejáveis. Entre as técnicas de microencapsulação a coacervação complexa é descrita por Zhang et al. (2012) como a separação de fases da solução inicial, e a deposição dos coacervados recém-formados em torno do ingrediente ativo suspenso ou emulsionado no mesmo meio de reação. Essa é utilizada por apresentar vantagens como boa eficiência de encapsulamento e propriedades de liberação controlada baseadas em estresse mecânico, temperatura, força iônica e pH (EGHBAL; CHOUDHARY, 2018).

A coacervação complexa é considerada uma tecnologia promissora devido as possibilidade de alta eficiência de encapsulação (até 99%) e de liberação controlada (GOUIN, 2004). Santos et al. (2015) utilizou a coacervação complexa para produzir e caracterizar microcápsulas de xilitol, e obteve eficiência de encapsulação entre 31% a 71%, sendo maior nos tratamentos com maiores concentrações de polímeros (matriz encapsulante), além da liberação de mais de 70% de xilitol microencapsulado em saliva artificial que ocorreu dentro de 20 min. Yang et al. (2015) em seu estudo objetivou melhorar a estabilidade do óleo de sementes de papoula pela técnica de coacervação complexa utilizando goma arábica e gelatina como agente encapsulante onde obteve eficiência de encapsulamento (EE) de 76,8% e capacidade de carga (CL) de 18,2%.

A escolha do agente encapsulante mais adequado influencia nas propriedades físicas e químicas das microcápsulas obtidas (COSTA, 2013). O agente encapsulante ideal deve apresentar baixa viscosidade e ser de fácil manipulação; possuir baixa higroscopicidade; não ser reativo com o material a ser encapsulado; proporcionar proteção ao material ativo contra condições adversas, tais como luz e pH (FERREIRA E GROSSO, 2000; SUAVE ET AL. 2006). No presente estudo, os agentes encapsulantes que foram utilizados são amido de

mandioca modificado de caráter aniônico e extrato de soja de caráter catiônico, ambos comerciais. A modificação é realizada para que o amido adquira características de gelatinização, diminua a tendência em formação de géis; aumente a estabilidade ao resfriamento e descongelamento; e introduza poder emulsificante (SILVA et al., 2006). Diferentemente do amido modificado, o extrato de soja comercial precisa de um preparo para favorecer a sua solubilidade e a sua característica catiônica. Lokuruka (2011) afirmou que o tratamento térmico e as abordagens à base de solvente usadas para extração de proteínas podem influenciar a solubilidade pela desnaturação de proteínas e exposição de resíduos de aminoácidos hidrofóbicos.

Desta forma o presente estudo propõe a microencapsulação do óleo de canola por coacervação complexa, utilizando extrato de soja e amido de mandioca modificando, dando foco aos agentes encapsulantes utilizados, a fim de produzir microcápsulas com boa capacidade de liberação controlada, eficiência de encapsulamento e estabilidade térmica, que sejam capaz de proteger o óleo de canola e os bioativos nele presentes.

2 OBJETIVOS

2.1 Geral

Formar micropartículas de óleo de canola, pelo método da coacervação complexa, tendo como material de parede amido de mandioca modificado (aniônico) e extrato de soja (catiônico), para possíveis aplicações na indústria alimentícia.

2.2 Específicos

- a) Formar microcápsulas de óleo de canola, com uso de amido de mandioca modificado e extrato de soja.
- b) Avaliar a influência da secagem por liofilização e em estufa sobre as características de solubilidade, intumescimento, rendimento e eficiência das microcápsulas.
- c) Caracterizar as microcápsulas obtidas por espectroscopia de infravermelho, microscopia óptica e análise termogravimétrica.
- d) Avaliar a capacidade de proteção do material de parede das microcápsulas de óleo de canola frente a temperaturas de cocção.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Óleo de canola

Os óleos vegetais pertencem à classe dos lipídeos de natureza fixa (não volátil), proveniente de plantas oleaginosas e são ricos em ácidos graxos insaturados (CATARINA, 2021). Podendo ser extraídos de diversas partes das plantas, como raízes, caule, polpa, flores, folhas e sementes, a composição química dos óleos vegetais é rica em compostos bioativos de grande importância com aplicação em diversas áreas como na indústria alimentícia. O Brasil é líder na exportação de sementes oleaginosas e ocupa a segunda posição entre os maiores produtores do mundo, e em termos de variedades é o maior produtor mundial de óleos vegetais (VIEIRA, 2021). Os efeitos fitoterápicos dos óleos vegetais são reconhecidos, mas poucos estudos têm sido realizados com o intuito de manter a estabilidade do óleo de canola e prolongar os efeitos de seus componentes, e a técnica de encapsulamento vem proporcionar essa estabilidade (COSTA et al., 2020).

A canola é um termo internacional usado para designar sementes geneticamente modificadas, óleo, e farinhas que são derivadas de cultivares de colza. É uma plantada família das crucíferas, mesma família do repolho e das couves, pertencente ao gênero *Brassica*. A partir da década de 60, as espécies *Brassica napus* e *Brassica campestris* passaram por melhoramento genético, a fim de eliminar o ácido erúico de sua composição por ser um composto tóxico, assim se transformaram em canola, podendo-se extrair o óleo ideal para consumo (MORETTO; FETT, 1998). Na figura 1 é possível observar uma imagem da espécie *Brassica napus* L. var. oleífera. No Brasil a canola de primavera é a mais cultivada, e sua composição possui em torno de 24% a 27% de proteína e de 34% a 40% de óleo (BACKES, 2011).

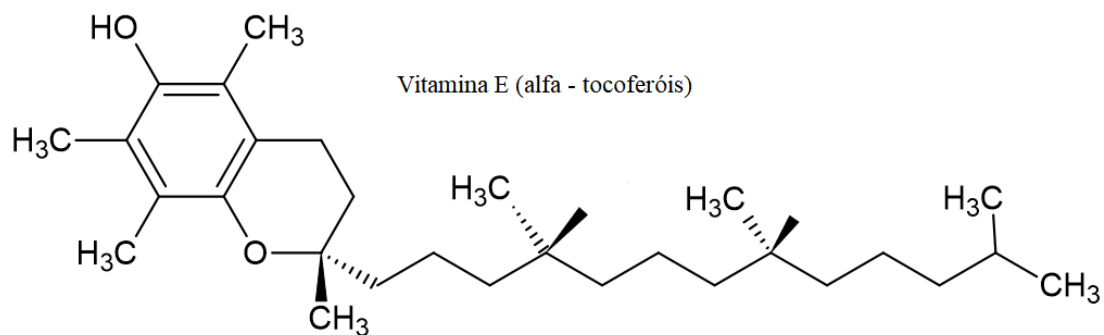
Figura 1 - Imagem de uma planta de *Brassica napus* L.var. oleífera



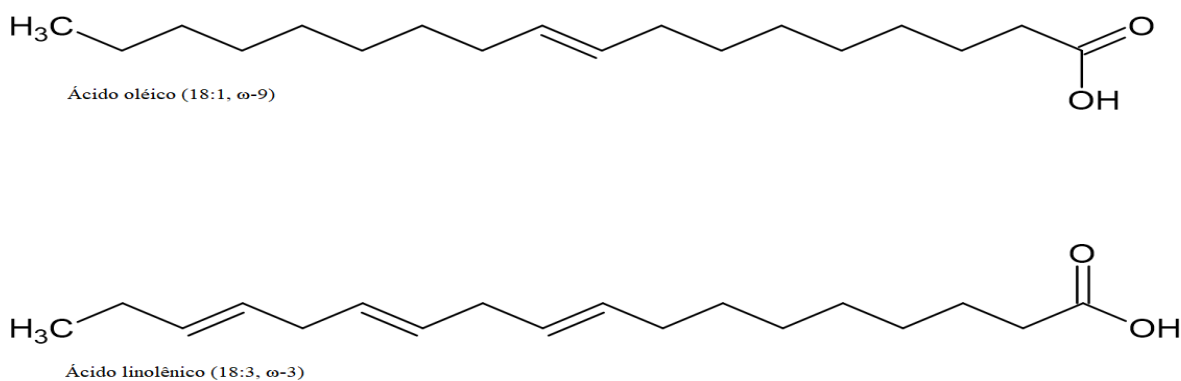
Fonte: Arena LTDA, plantação de *Brassica napus* L. var. oleífera em Holambra-SP.

O óleo de canola é considerado um dos óleos mais saudáveis, pois apresentam altas quantidades de Ômega-3, que reduz triglicérides e controla arteriosclerose; vitamina E (Figura 2), gorduras monoinsaturadas (regulador do colesterol), polifenóis, β -caroteno, além de ter o menor teor de gordura saturada entre outros tipos de óleo vegetal, atribuindo a ele propriedades como antioxidante, anti-inflamatória, antibacteriana, anticâncer e antiviral (BACKES, 2011; RUIZ et al., 2017). Além disso, apresentam elevados níveis de ácidos graxos monoinsaturados, principalmente, o ácido oleico (18:1, ω -9), representado na figura 3, ácidos graxos totais, onde esses ácidos têm eficácia na redução do nível de colesterol plasmático, além de ser uma das maiores fontes de ácido linolênico (18:3, ω -3) (BACKES, 2011).

Figura 2 - Estrutura molecular da vitamina E



Fonte: Elaborada pela autora.

Figura 3 - Estrutura molecular dos ácidos oleico e linolênico

Fonte: Elaborada pela autora.

O ácido linolênico (ω-3) é importante para manter sob condições normais, as membranas celulares, as funções cerebrais e a transmissão de impulsos nervosos. Sua excelente composição em ácidos graxos faz com que o óleo de canola seja uma alternativa viável para as pessoas interessadas em uma dieta saudável. Na tabela 1 é possível identificar o percentual e tipos de gordura e ácidos graxos presentes no óleo de canola (BACKES, 2011).

Os tocoferóis também presentes no óleo de canola desempenham um papel importante como antioxidante, contribuindo para a prevenção de doenças neurodegenerativas, aterosclerose, inflamação crônica, câncer e envelhecimento precoce (GUINAZ et al., 2009).

Tabela 1 - Conteúdo de gorduras e ácidos graxos de óleo de canola.

Gorduras (%)	Ácidos Graxos (%)
Saturadas - 8,4	Palmítico -5,0
Monoinsaturadas- 63,6	Oleico - 62,2
Poli-insaturadas- 28,0	Linoleico - 21,4
	Ômega 3 - 6,2

Fonte: Scherr e Ribeiro (2010)

A presença de saturações torna os óleos susceptíveis à ocorrência da oxidação lipídica, que afeta negativamente características sensoriais importantes, como cor, aroma, sabor e textura. Além disso, diminui o valor nutricional do produto devido à degradação de vitaminas e ácidos graxos essenciais. Essa oxidação ocorre rapidamente durante o processamento ou fritura, causando a degradação dos ácidos graxos mono e poli insaturados (HECK et al., 2021). Além disso, também produzem compostos tóxicos, que estão

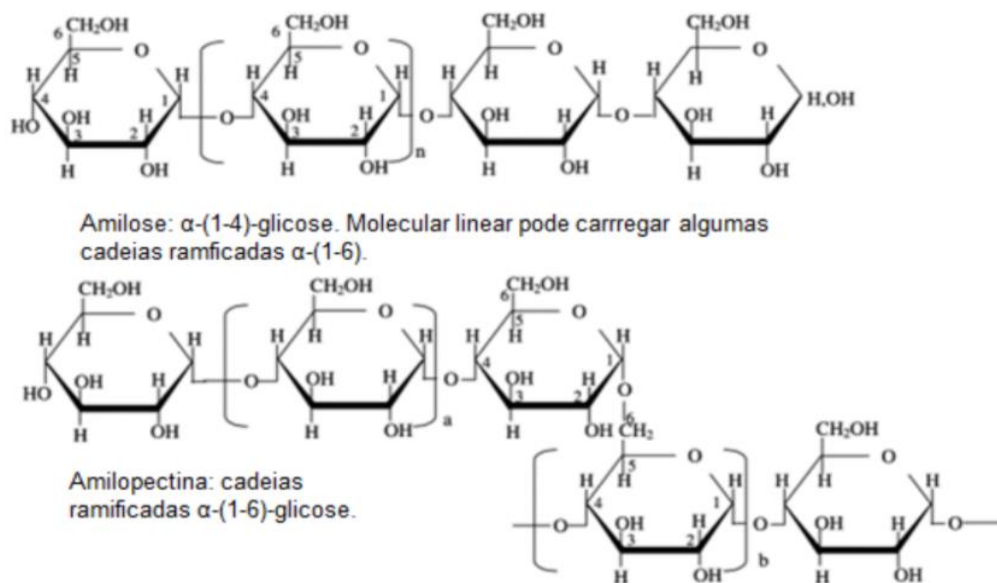
relacionados com o desenvolvimento de diversas doenças como aterosclerose e câncer (ANJUM et al., 2013).

Devido ao seu perfil lipídico favorável o óleo de canola é usado para reformular produtos de carne substituindo a gordura suína (BAEK et al., 2016). Backes et al. (2013) utilizaram óleo de canola emulsificado em salame italiano, e observaram que após a emulsificação não houve mudanças nas características físico-químicas (pH, perda de peso, oxidação de cor e lipídios) e atributos sensoriais.

5.2 Amidos e modificações

O amido é um polissacarídeo composto por cadeias de amilose e amilopectina (Figura 4). A amilose é insolúvel em água o que torna o amido insolúvel, a amilopectina é solúvel, o que permite que o amido intumesça na fase aquosa para produzir suspensões que podem ser utilizadas para produzir filmes biodegradáveis (Silva, 2016). As fontes mais comuns de amido alimentício são o milho, a batata, o trigo, a mandioca e o arroz.

Figura 4 - Fórmula estrutural do amido



Fonte: Silva, 2016 adaptado de TESTER; KARKALAS (2002).

O amido de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) mais especificamente, também conhecido como fécula, passa por processo de produção onde consiste nas etapas de lavagem e descascamento das raízes, ralação para a desintegração das células e liberação dos grânulos

de amido, separação das fibras e do material solúvel, e finalmente, secagem. O amido de mandioca tem uma vasta aplicação na indústria, onde o material pode ser utilizado em massas de pães de queijo e produtos cárneos curados. Quando modificados, são empregados como agentes encapsulantes de compostos voláteis, substitutos de gordura em produtos de panificação e lácteos, agente emulsificante em molhos para saladas, e na elaboração de balas e doce de leites (APLEVICZ, 2006; LOKSUWAN, 2007; ANTHERO, 2014).

O uso do amido como agente encapsulante é explicado por apresentar características como custo, disponibilidade, atributos funcionais, propriedades mecânicas (flexibilidade, tensão), propriedades ópticas (brilho e opacidade), efeito de barreira contra fluxo de gases, resistência estrutural à água e microrganismos, além da aceitabilidade sensorial (FALGUERA et al., 2011). Entretanto, apresenta sensibilidade à água, devido ao seu caráter hidrófilo e suas propriedades mecânicas serem mais fracas em comparação aos polímeros sintéticos convencionais, além de não possuírem outras propriedades que os tornam ideais para aplicações em produtos alimentares (DIAS et al., 2010; SINGH et al., 2016). De acordo com a revista Food Ingredients (2015) os amidos possuem características que os tornam pouco práticos para trabalhar, suportam mal as imposições tecnológicas de determinados processos industriais, como a exposição de amplas faixas de temperaturas, pH e cisalhamento. A viscosidade também é afetada durante a exposição a altas temperaturas, sendo extremamente difícil o controle a nível industrial. Com isso, se faz necessárias modificações no amido para incrementar ou inibir suas características originais e adequá-lo às aplicações específicas.

Essas modificações do amido promovem espessamento, melhora a retenção e a sensação ao paladar e ao brilho, aumenta estabilidade, promove gelificação, dispersa ou confere opacidade (FOOD INGREDIENTS, 2015). Sem modificação ocorreria hidratação, intumescimento rápido, e perda da viscosidade. Os amidos modificados são essenciais à indústria de alimentos de congelados e de alimentos processados, como molhos e caldos enlatados. Conseguir-se um melhor controle e maior flexibilidade em trabalhar formulações, processos e, ainda, prolongar a vida útil do produto, podendo ser utilizados tanto para estabilizar emulsões quanto para formar filmes resistentes a óleos (FOOD INGREDIENTS, 2015).

Tais modificações podem ser feitas utilizando alguns métodos químicos e físicos como a reticulação, e nesse estudo, daremos destaque para as modificações químicas aniônicas e catiônicas. Segundo Howard & Jowsey (1989), a modificação catiônica do amido promove características como, alta dispersibilidade e aderência a diversas aplicações. Para

realizar tal modificação, o amido recebe a aplicação de 3-cloro 2-hidroxipropiltrimetilamônio (LERMEN et al., 2017). Nos grupos aniônicos, a finalidade é de bloquear a associação molecular através da repulsão iônica, e o resultado desse processo é um amido estabilizado, aumentando a solubilidade e viscosidade, suportando diversos ciclos de congelamento e descongelamento. Na tabela 2 é possível observar o uso do amido como material de parede na proteção de determinadas substâncias.

Tabela 2 - Uso de amido como material de parede por diferentes autores.

Material de parede	Material encapsulado	Método de encapsulamento	de Autores
αMltodextrina e amido modificado	Extrato de beterraba	Spray drying	Zuanon, (2016)
Amido modificado e concentrado de proteína de arroz	Óleo de linhaça	Liofilização	Perrechilet al., (2021)
Amido modificado e maltodextrina	Óleo de Farelo de Arroz	Spray drying	Maia et al., (2020)
Amido de amaranto carboximetil e lactoferrina	Betacaroteno	Coacervação complexa	Constantino et al., (2023)
Quitosana e amido modificado	Óleo de algas	Coacervação complexa	Hongyanet al., (2022)

Fonte: Elaborada pela autora

5.3 Proteína de soja

A soja pertence à família das *Fagáceas*, é uma semente oleaginosa, sua origem é do nordeste da Ásia, principalmente ao longo do rio Amarelo na China. Sua evolução começou a partir do cruzamento de espécies selvagens que foram domesticadas por cientistas da China antiga (EMBRAPA, 2016). Sua composição química apresenta componentes como, proteínas, carboidratos, lipídios, minerais e vitaminas. Destacam-se as proteínas da soja que entre esse nutriente do reino vegetal é a que têm um melhor balanço de aminoácidos essenciais, e qualidade comparável às proteínas de origem animal (PEREIRA et al. 2009). A maior parte das proteínas da soja está armazenada nos cotilédones, sob a forma de corpos proteicos (SAIDU, 2005). A maioria delas são globulinas ($\approx 70\%$), que são em sua maior

parte glicinina (11S) e β conglucina (parcela 7S da globulina) (MALHOTRA, 2004). Apresentam alto teor de lisina, caracterizando-as com maior valor nutricional que outras proteínas vegetais destinadas a alimentação humana (SAIDU, 2005), podendo ser utilizada como extrato, concentrado e isolado proteico de soja.

Proteína isolada de soja (SPI) se encontra na forma de um pó de coloração creme e sabor suave. Com mais de 90% de proteínas em peso seco, a SPI é a forma mais refinada entre os derivados proteicos mais comuns, e comparada com as demais proteínas (do trigo, do leite, dos ovos e da carne), contém maiores quantidades dos aminoácidos anabólicos, como a arginina e a glutamina (AKESOWAN, 2008). É produzida a partir dos flocos de soja, através de um processo que utiliza extração aquosa e aquecimento mínimo e separado dos demais componentes não-proteicos através de um processo de purificação em etapas baseado em sua solubilidade em solução alcalina (pH 8.0). Em geral, uma farinha desengordurada é preparada através de uma solução alcalina (pH 8.0). SPI (proteína isolada de soja) são usados principalmente na formulação de produtos de panificação e confeitaria, produtos cárneos emulsionados e embutidos, e formulações de produtos lácteos como iogurtes e substitutivos de lácteos e farinhas (MORAIS et al., 1996). Possui características que há torna viável, como uma fonte barata e renovável, além de sua capacidade emulsificante, formadora de filme, e características nutricionais benéficas (CHEN et al., 2006; ORTIZ et al., 2009).

Os concentrados proteicos vegetais estão se destacando nas indústrias de alimentos, isso se deve ao aumento de uma necessidade apresentada pelos consumidores por tecnologias “verdes” e pela prática de dietas restritivas (MALIK; SAINI, 2018; TANSANZ et al, 2018). As características das proteínas da soja podem ser alteradas pelo pH do meio, ou por tratamentos térmicos, concentração de sais e outros ingredientes (óleos e carboidratos, por exemplo) e pela porcentagem no núcleo ativo na mistura inicial. Vários autores relataram o uso das proteínas de soja como material encapsulante (ORTIZ et al, 2009). A mistura de proteínas de soja com carboidratos tem demonstrado melhor proteção ao núcleo, maior estabilidade oxidativa e melhores condições de secagem (NESTERENKO et al, 2013). Na tabela 3 é possível observar o uso de isolado e concentrado proteico de soja no encapsulamento de diferentes substâncias. Aplicações de extrato de soja em processos de encapsulação não foram encontradas na literatura.

Tabela 3 - Uso de isolado e concentrado proteico de soja no encapsulamento de diferentes materiais

Material de parede	Material encapsulado	Método utilizado	Autores
Maltodextrina e concentrado proteico de soja	Óleo de linhaça	Spray drying	Carneiro, (2011)
Concentrado proteico de soja	Alginato	Gelificação iônica	Silverio, (2018)
Isolados de proteína de soja e pectina	Antocianinas de mirtilo	Spray drying	Li-Hua et al. (2022)
Isolados de proteína de soja	Curcumina	Spray drying	Fei-Ping et al. (2022)

Fonte: Elaborada pela autora

5.3.1 Tratamento químico em proteínas vegetais

Alguns derivados da soja como proteínas isolada, texturizadas, concentrados e extratos, são amplamente empregados como fonte proteica, atuam, também, como melhoradores tecnológicos, realçando a textura e a maciez e agindo como emulsionante em salsichas e hambúrgueres (EMPRAPA, 2016). Entretanto, um fator limitante da sua utilização é sua inerente baixa solubilidade (MALHOTRA, 2004). A solubilidade é influenciada por fatores, como temperatura de dissolução, pH e força iônica (LEE, 2003). Lokuruka (2011) afirmou que o tratamento térmico e as abordagens à base de solvente usadas para extração de proteínas podem influenciar a solubilidade pela desnaturação de proteínas e exposição de resíduos de aminoácidos hidrofóbicos.

A obtenção de isolados, concentrados e extratos de proteínas vegetais, incluem a sua solubilização em meio alcalino e permite diferentes conformações estruturais e propriedades funcionais das proteínas (Aluko; Yada, 1965). Além de possuírem preponderância de espécies carregadas negativamente devido à ionização dos grupos carboxila e desprotonação dos grupos amina, a mudança de pH aumenta a interação proteína-solvente. A repulsão eletrostática resultante entre as proteínas com cargas semelhantes às mantém separadas e estimula sua interação com o solvente, aumentando assim a solubilidade

da proteína possibilitando o uso da proteína como material de parede (Kinsella; Phillips, 1989; Lawal, 2004).

O tratamento térmico e alteração de pH das soluções, fixa o pH de uma proteína em valores extremos, como pH 2 ou pH 12, para a desnaturação da proteína (Jiang et al., 2010, Lee et al., 2016, Yildiz et al., 2017). Estudos relataram que as proteínas globulares presentes na soja podem ser parcialmente desnaturadas a valores extremos de pH, principalmente em níveis baixos de pH. Esta estrutura dinâmica é especificada como a estrutura do “glóbulo fundido” (Goto et al., 1989; Goto et al., 1990).

O ponto isoelétrico também é fator preponderante para o uso da proteína de soja como material encapsulante. A proteína de soja apresenta ponto isoelétrico em pH 4,5 a 5,0 (Söderber, 2013). Em pH acima do ponto isoelétrico, as proteínas de soja estão suscetíveis a protonação do grupo amida e a disponibilidade do grupo carboxílico (COO^-), aumentando assim, a atração eletrostática com outros íons para que ocorra a neutralização de carga e formação de coacervados.

3.4 Microencapsulação

A microencapsulação consiste basicamente em isolar do meio externo uma determinada substância (composto ativo), através de um revestimento por uma fina camada polimérica (material de parede). O composto bioativo pode ser um líquido ou um gás, podendo ser aromas, pigmentos, acidulantes, nutrientes, enzimas, conservantes. Já o material de parede necessita ser seguro para saúde humana, ser formador de filme, emulsificante, de fácil secagem e fácil dissolução, resistir às condições ácidas do estômago e os sucos biliares do intestino delgado e ser economicamente viável (ASSUNÇÃO, 2014; MENDES, 2017; KENT; DOHERTY, 2014; NAZZARO et al., 2012).

Empregada no processo de liberação do conteúdo de forma controlada e sob condições específicas, a microencapsulação possui vantagens como proteger o composto ativo da degradação por diminuir seu contato com o restante da formulação; oferecer maior resistência, estabilidade e proteção contra oxidação e fotodegradação; mascarar sabores e odores desagradáveis do princípio ativo; aumentar seu tempo de ação, separar incompatibilidades, proteger os compostos bioativos, da exposição externa, que inclui volatilidade, tornando-se uma opção na garantia da estabilidade e eficácia para os óleos vegetais (PASQUALIM et al., 2017, ROJAS, 2018; LEMOS 2017; VERGALLO, 2020).

Esse procedimento pode retardar ou até mesmo inibir oxidação lipídica dos óleos vegetais que pode ocorrer durante o processamento e armazenamento. Outra vantagem da microencapsulação é mascarar odores indesejáveis e melhorar a biodisponibilidade dos ácidos graxos ω -3 (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2014). A escolha do material de parede se faz importante para a obtenção de uma alta eficiência de encapsulação, biodisponibilidade e estabilidade de armazenamento, retenção da atividade biológica (SAMBORSKA et al., 2021). Atualmente, quase todo material que necessita ser protegido, isolado de outros compostos, ou até mesmo, ter sua liberação controlada, pode ser encapsulado. De acordo com a literatura, os agentes encapsulantes mais comumente utilizados na encapsulação de compostos bioativos para aplicação em alimentos são goma arábica, amido modificado e amido hidrolisado.

Acosta (2020) retratou que a fração de amarantho enriquecida com amido apresentou alta potencial tecnológico como agente encapsulante e suas proteínas nativas serviram como um bom estabilizante emulsificante. Krishnan et al. (2005) utilizaram a microencapsulação por pulverização usando misturas binárias e ternárias de goma arábica, maltodextrina e amido modificado como materiais de parede, do óleo de cardamomo, onde observou uma boa proteção do composto ativo.

A adição de óleo de canola e de óleo encapsulado de linhaça resultou em salames de vida-de-prateleira semelhante ao controle em termos de oxidação lipídica (HECK, 2017). Tais estudos demonstraram que a degradação oxidativa pode ser controlada, a partir do uso das microcápsulas, assim a técnica de microencapsulamento pode ser utilizada na formulação de alimentos enriquecidos nutricionalmente com óleo vegetal.

Além do papel de proteção contra o meio, os óleos encapsulados são protegidos durante a mastigação, e condições adversas do estômago proporcionando uma maior proteção aos compostos bioativos presentes em sua composição (BAHRAMI et al., 2019). As microcápsulas de óleo vegetal são obtidas através da formação de uma emulsão do óleo com o material de parede, que pode ser proteínas, polissacarídeos, carboidratos, lipídeos, copolímeros e outros emulsificantes com baixo peso molecular (GARG et al., 2006; JIMENÉZ-COLMENERO, 2007).

Outro fator importante para este processo é a escolha do método de preparação de microcápsulas. Um fator importante a ser considerado é o tamanho da cápsula para o fim desejado. As cápsulas que possuem tamanho em um intervalo de 100 nm a 1000 nm são classificadas como microcápsulas, e as que possuem tamanho entre 1 nm e 100 nm são classificadas como nanocápsulas (COMUNIAN et al., 2016). Dentre as técnicas aplicadas para a obtenção de microcápsula mais encontradas na literatura, podemos citar como exemplo:

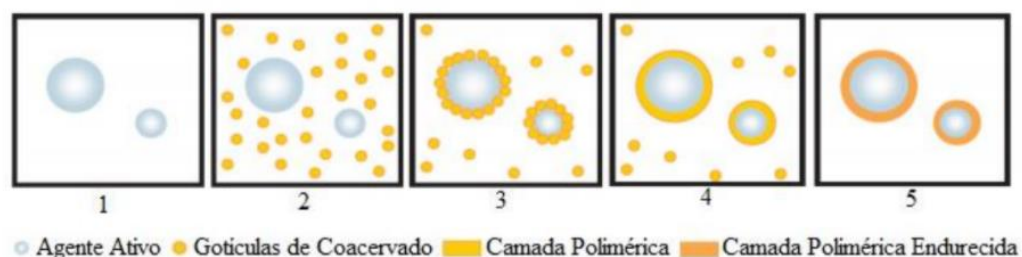
métodos físicos: o spray drying (secagem em atomização), método químico: polimerização interfacial e método físico-químico: a coacervação simples ou complexa (Freire, 2018).

3.5 Coacervação complexa

A coacervação complexa é um fenômeno de separação de fase líquido-líquido, usada para a produção de microcápsulas de compostos lipofílicos, onde há interação entre polímeros que apresentam cargas opostas, segundo as condições de pH, força iônica, ou temperatura. Após o preparo da emulsão ocorre a interação entre os polímeros, formando os coacervados. Estes se depositam na superfície das gotas emulsionadas, constituindo uma camada protetora e dando origem às microcápsulas (SCHMITT; TURGEON, 2011; Silva et al., 2017). O processo de microencapsulação por coacervação (Figura 5) segue as seguintes etapas (AZEREDO, 2005; SILVA et al., 2003):

1. Dispersão do agente ativo a ser encapsulado em uma solução do polímero;
2. Indução da coacervação, formando partículas de coacervado;
3. Deposição das partículas de coacervado em torno dos núcleos contendo o princípio ativo;
4. Aderência das partículas de coacervado para formar uma camada polimérica;
5. Endurecimento da camada polimérica por meio da difusão do solvente;
6. Finalmente, as microcápsulas obtidas são separadas do sistema por centrifugação ou filtração.

Figura 5 - Representação esquemática das etapas do processo de microencapsulação por coacervação



Fonte: Lemos, (2017) adaptado de Müller, (2011).

Na literatura, atualmente, não há trabalhos utilizando a junção de isolado proteico de soja e amido modificado como matriz encapsulante utilizando o método de coacervação complexa. Silva et al. (2017) retratam que o método de coacervação complexa é recomendado

para encapsulação de substâncias lipofílicas e possui a grande vantagem de não utilizar altas temperaturas. Esse método pode ser empregado no encapsulamento de óleos aromáticos, óleos de peixe, vitaminas, conservantes e enzimas. Os mesmos autores relataram que o método é eficiente devido às possibilidades de liberação controlada com base em estresse mecânico, temperatura ou liberação modulada. De acordo com Jegáti e Taverdet (2000), durante o processo de coacervação as características das micropartículas vão depender da natureza e da concentração dos polímeros e do agente ativo, do agente reticulante e/ou agente surfactante, do pH, e da frequência de agitação durante o processo. Lemos (2017) destacou que essa agitação influencia no tamanho das gotículas do agente ativo e consequentemente no tamanho das micropartículas, além de que a eficiência da encapsulação depende do desempenho do agente encapsulante, com relação a proteção do componente ativo de fatores extrínsecos.

As vantagens de utilizar a coacervação complexa são as possibilidades de variação de biopolímeros como possíveis materiais de parede (gelatina, albumina, goma arábica, celulose, alginato, caseinato, carragena, amido, pectina) (LEMOS, 2017). O uso da microencapsulação do óleo de canola por coacervação complexa se faz importante, pois impede a degradação térmica de ácidos graxos poli-insaturados e aumenta a estabilidade durante o processamento térmico (LOBATO et al., 2021, LEMOS, 2017).

4 ARTIGO

4.1 Artigo 1

EXTRATO DE SOJA E AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO PARA A FORMAÇÃO DE MICROCÁPSULAS DE ÓLEO DE CANOLA POR COACERVAÇÃO COMPLEXA

Artigo submetido na Revista Food Hydrocolloids (Qualis CAPES A1)

EXTRATO DE SOJA E AMIDO DE MANDIOCA MODIFICADO PARA A FORMAÇÃO DE MICROCÁPSULAS DE ÓLEO DE CANOLA POR COACERVAÇÃO COMPLEXA

Amanda Batista Nascimento¹, Rachel Menezes Castelo², Luana Carvalho da Silva³, Joana de Barros Alexandre³, Roselayne Ferro Furtado³.

Universidade Estadual do Ceará, cep 60.714.903 CE, Brasil

Universidade Estadual do Ceará, cep 60.714.903 CE, Brasil

Universidade Estadual do Ceará, cep 60.714.903 CE, Brasil

Universidade Estadual do Ceará, cep 60.714.903 CE, Brasil

Embrapa Agroindústria Tropical. cep 60511-110CE, Brasil

ABSTRACT

RESUMO

Microcápsulas de óleo de canola (composto ativo) usando matriz de amido modificado e extrato de soja foi produzido via coacervação complexa a fim de proteger o óleo de fatores extrínsecos. A presença de instaurações torna os óleos susceptíveis à ocorrência da oxidação lipídica que afeta negativamente características sensoriais importantes, como por exemplo, a cor, o aroma, o sabor e a textura. Concentração de óleo no interior das microcápsulas e pH foram otimizados para a formação das partículas. Ao final, duas condições de secagem (liofilização e estufa) foram avaliadas neste trabalho. As microcápsulas foram caracterizadas por análise de solubilidade, eficiência de encapsulamento, espectroscopia de absorção no infravermelho, análise térmica e morfologia. O rendimento de microcápsulas formadas em

pH 5,0 foi de 50,56% e 46,00% para microcápsulas secas por liofilização e estufa, respectivamente. A eficiência de encapsulamento do óleo de canola foi de 92,22% (pH 4/1g de óleo) e 85,95% (pH 5- 0,5 g de óleo), ambos secos por liofilização, e tamanho de partículas variando de 2,38 μm (pH 5 – 0,5g de óleo) e 2,88 μm (pH 4 – 0,5g de óleo). Os métodos de secagem influenciaram na integridade das partículas indicando a secagem por liofilização como o método mais adequado. Microcápsulas secas por liofilização apresentaram menor solubilidade, variando de 18,9% (1g/pH 4,0) a 20,9% (0,5g/pH 4,0), e menor capacidade de intumescimento. Essas microcápsulas podem ser usadas em futuras aplicações que envolvam aquecimento de 75°C por 24h.

Palavras-chaves: microencapsulação, coacervação complexa, óleo de canola.

1 INTRODUÇÃO

O óleo de canola é rico em compostos bioativos, como ácidos graxos insaturados, vitamina E, β -(caroteno), ácido linolênico (18:3, ω -3), ácido oleico (18:1, ω -9), vitamina E (tocoferol), polifenóis, atribuindo ao óleo propriedades antioxidante, anti-inflamatória, antibacteriana e antiviral (BACKES, 2011; RUIZ et al., 2017). Este óleo por ser rico em ácidos graxos insaturados poderia ser adicionado a alimentos, tais como pão, suco de frutas, leite, iogurte e carne, como uma forma de enriquecê-los. Estudos têm sido realizados utilizando a coacervação complexa como forma de produção de microcápsulas de óleos para o enriquecimento nutricional de alimentos. Gonçalves et al. (2017) encapsularam o óleo de tominho em gelatina e goma arábica (material de parede) para produção de bolo. Heck et al. (2019) encapsularam óleos de chia e linhaça em carragena e polissorbato (material de parede) para produção de hambúrgueres. Silva et al. (2022) encapsularam com sucesso óleo de pequi em goma de caju/quitosana e goma de caju/gelatina (material de parede) para aplicação em iogurte.

Óleos com elevado percentual de insaturações estão sujeitos à oxidação durante o seu período de armazenamento ou a outros tipos de reação quando presentes em uma formulação alimentícia. Desta forma, quando o objetivo é preservar as suas características funcionais e químicas, o uso de métodos de processamento que busquem garantir a sua estabilidade e preservar sua composição podem ser adotados. Além disso, a dificuldade de trabalhar com o óleo diretamente em uma base alimentícia hidrossolúvel poderia dificultar a sua aplicação em alguns alimentos. Uma das formas de superar estas dificuldades seria por meio do uso de técnicas de microencapsulamento seguindo princípios químicos, físicos e físico-químicos (JONES; MCCLEMENTS, 2010).

A coacervação complexa é uma das técnicas que utiliza a interação entre dois polímeros de cargas elétricas opostas, onde um complexo entre esses polímeros é formado ao redor de outro material disperso (núcleo) (ALVIM, 2005; ZUANON et al., 2013). O agente encapsulante torna-se então uma embalagem natural, conferindo proteção a danos causados pelo ambiente e assegurando estabilidade ao produto encapsulado (NAZZARO et al, 2012). Tal tecnologia é considerada promissora pela reação acontecer à temperatura ambiente, sem o uso de solvente orgânicos e as possibilidades de se conseguir alta eficiência de encapsulação e de liberação controlada (GOUIN, 2004).

No processo de encapsulamento, o agente encapsulante exerce um papel importante para a preservação das características químicas e biológicas do composto encapsulado. Características, como baixo custo, atoxicidade e estabilidade são importantes para a escolha da matriz a depender da técnica de encapsulamento. No presente trabalho, dois biopolímeros de origem vegetal, extrato de soja e amido de mandioca modificado foram escolhidos. O uso de amido modificado tem as vantagens de facilidade de obtenção, baixo custo, possui atributos funcionais, propriedades mecânicas (flexibilidade, tensão), propriedades ópticas (brilho e opacidade), efeito de barreira contra fluxo de gases, resistência estrutural à água e microrganismos, promove gelificação, dispersa ou confere opacidade, além da aceitabilidade sensorial (FALGUERA et al., 2011; FOOD INGREDIENTS, 2015). Por sua vez, o extrato de soja, é facilmente encontrado em lojas comerciais, de baixo custo, possui elevada capacidade emulsificante e considerável teor proteico. Embora seja possível encontrar vários trabalhos utilizando diferentes técnicas de encapsulação com isolados ou concentrados de soja no encapsulamento de bioativos (Guo-Yan Li et al. 2021; Oliveira et al., 2019), o mesmo não acontece com o extrato de soja. Pelo nosso conhecimento, esta é a primeira vez que amido de mandioca modificado e extrato de soja são utilizados para microencapsulação de um bioativo usando coacervação complexa.

Este trabalho teve o objetivo de produzir microcápsulas de óleo de canola utilizando matriz de amido modificado de caráter aniônico e extrato de soja de caráter catiônico, como alternativa de enriquecimento com ácidos graxos insaturados para alimentos plant-based. Ao final, as partículas foram secas por estufa e liofilização e caracterizadas quanto ao tamanho, morfologia e outros aspectos tecnológicos. As microcápsulas produzidas podem ser úteis futuramente para aplicações diversas, contribuindo para uma melhor distribuição do óleo em uma base hidrossolúvel e manutenção das suas propriedades bioativas.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 MATERIAL

O óleo de canola foi obtido no mercado local, na região de Fortaleza/CE, Brasil. O amido modificado aniônico (Superion 3050) foi cedido pela empresa Horizonte® Amidos (Tabela 4). Proteína de soja (Tabela 5) foi adquirida em mercado local.

Tabela 4. Especificações Técnicas do amido modificado aniônico (Superion 3050) fornecido pelo fabricante.

	Mínimo	Máximo
Umidade (%)	10,0	14,0
pH	5,0	7,0
DS (mol/mol)	0,030	0,050

*DS - grau de substituição

Tabela 5. Especificações técnicas do extrato de soja fornecida pelo fabricante.

	Quantidade por porção (%)
Proteína	2,0
Carboidratos	20,40
Gorduras Totais	3,0

2.2 PREPARO DAS MATRIZES ENCAPSULANTES

2.2.1 Preparo do extrato de soja

Inicialmente, foi preparada uma solução de extrato de soja com concentração 10% m/v (solução padrão), ajustando o pH da solução para 11 (NaOH – 40% v/v), e aquecida a 65°C por 10 min. Em seguida, a solução padrão foi diluída para 5% (v/v), em agitação por 3 h (temperatura ambiente), seguida de aquecimento por 20 min a 70°C e agitação por 24h (OLIVEIRA et al., 2018).

2.2.2 Preparo da solução de amido aniônico

Uma solução de Amido modificado aniônico 2% (m/v) foi aquecida em banho maria a 70 °C por 3 h e agitação por 24 h (OLIVEIRA et al., 2018).

2.3 DETERMINAÇÃO DA MATRIZ ENCAPSULANTE

Inicialmente, foram preparadas diluições das soluções de extrato de soja (ES) e de amido aniônico (AA) em proporções de 1:100 mL (v/v), na faixa de pH de 2,5 a 6,0. A partir dos resultados da análise do potencial zeta, em cada faixa de pH, foi estimada a proporção de cada biopolímero para que ocorresse a neutralidade das cargas. As medidas de potencial zeta das soluções de extrato de soja e amido de mandioca modificado foram realizadas em triplicata à temperatura ambiente utilizando o instrumento de espalhamento de luz laser Malvern 3000 Zetasizer NanoZS, (Malverne Instruments, UK).

2.4 AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE COACERVAÇÃO

Para o processo de coacervação, as emulsões foram preparadas a partir das proporções de extrato de soja (ES) e amido aniônicas (AA) e estimadas considerando as cargas determinadas na análise de potencial zeta. A quantidade de óleo de canola utilizada para formação das microcápsulas foi 0,5 g e 1 g considerando um volume de 100mL. As soluções de cada biopolímero foram preparadas separadamente e a quantidade de óleo foi adicionada a solução de AA. As soluções de ES e AA foram levadas para agitação no ultraturrax 10000 rpm durante 3 min, em seguida foram adicionadas a 400 mL de água destilada. A solução final foi ajustada nos pH 4 e 5 e deixadas a 8°C por 24 h para a precipitação dos coacervados.

Ao final, as micropartículas foram centrifugadas a 15.303x g, por 10 min a 25°C, retirando-se o excesso de água e secas em estufa com circulação de ar (SOLAB SL 102) a temperatura de 105°C por 5 h ou por liofilização (Liotop K1005), congelando-se previamente a amostra em ultrafreezer por 24h.

2.5 CARACTERIZAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS

2.5.1 Análise de Rendimento

Após a formação dos coacervados com e sem óleo de canola, as amostras foram centrifugadas (10000 rpm por 10 min a 25 °C) e secas. O rendimento foi calculado a partir da equação 1, onde R é o rendimento em porcentagem, Mf é o valor em gramas da massa seca e M0 é o valor em gramas da massa inicial.

$$R = \frac{M_f}{M_0} \times 100 \quad \text{Equação 1}$$

2.5.2 Análise de Tamanho de partícula

Os tamanhos médios da partícula também foram analisados através da microscopia ótica, com o auxílio do programa de análises de imagens de domínio público ImageJ(U.S.

National Institutes of Health, Bethesda, Maryland, US), acessível em <http://imagej.nih.gov/ij/>. Nesse caso, foram escolhidos três campos diferentes da imagem e de cada campo foi realizada a determinação de tamanhos de 50 micropartículas (SCHNEIDER; RASBAND; ELICEIRI, 2012).

2.5.3 Eficiência de encapsulamento

Para a determinação da eficiência de encapsulamento das microcápsulas foi seguido a equação 2. As quantidades de óleo total e superficial presentes na mistura foram quantificadas por espectrofotometria UV-Vis a 450 nm (comprimento padrão do óleo de canola).

$$EE (\%) = \frac{(\text{óleo total} - \text{óleo superficial})}{\text{óleo inicial}} \times 100 \quad \text{equação 2}$$

2.5.3.1 Determinação do óleo superficial

A quantidade de óleo presente na superfície das microcápsulas foi avaliada por espectrofotometria, seguindo o método proposto por Higuera (2013) (equação 3). Em um tubo de ensaio foram adicionados 0,1 g de microcápsulas secas por estufa e por liofilização e 10 mL de hexano, seguido de agitação por aproximadamente 1 minuto. Em seguida as amostras foram filtradas e analisadas por espectrofotometria a 450 nm.

$$OS \% (\text{óleo superficial}) = \frac{ONE (\text{quantidade de óleo não encapsulado})}{OI (\text{óleo inicial})} \times 100 \quad \text{equação 3}$$

2.5.3.2 Determinação do óleo total

O óleo total foi determinado segundo o método de Bligh-Dyer, com modificações (CECCHI, 2003) (equação 4). Pesou-se 0,1 g das microcápsulas secas e adicionou-se 10 mL de clorofórmio, 20 mL de metanol e 8 mL de água destilada. A mistura foi homogeneizada por 30 minutos. Em seguida foram adicionados 10 mL de clorofórmio e 10 mL da solução de sulfato de sódio a 1,5%, e colocada em agitação por mais 2 minutos. O material foi transferido para um funil de separação e deixado em repouso até completa separação das fases. Após a separação foram recolhidos, aproximadamente, 15 mL da fase orgânica, e adicionado 1 g de sulfato de sódio, e a seguir filtrado. Uma alíquota de 1 mL foi transferida para um balão volumétrico de 10 mL, completado com hexano. A mistura foi quantificada por leitura em espectrofotômetro do tipo UV-Vis, a 450 nm.

$$QT \% (\text{óleo total}) = \frac{OE (\text{quantidade de óleo encapsulado})}{OI (\text{quantidade de óleo inicial})} \times 100 \quad \text{equação 4}$$

2.5.4 Solubilidade

A solubilidade das amostras secas por estufa e liofilização foi determinada pelo método proposto por Cano-Chaucaet al. (2005), com algumas modificações. Em erlenmeyers foram pesados 0,25 g das amostras e adicionados 25 mL de água destilada. As soluções foram agitadas durante um minuto e centrifugadas a 4276,4 x g por 5 min a 25°C. Em seguida foram retiradas alíquotas de 15 mL do sobrenadante e colocadas em placas de Petri previamente pesadas, e secas em estufa de circulação de ar a 105°C durante 5h. A solubilidade foi calculada pelas diferenças de massas final e inicial, sendo expressas em percentual de solubilidade.

2.5.5 Liberação controlada do óleo de canola

Foi avaliada a liberação do óleo de canola em diferentes valores de pH, através da metodologia descrita por Comunian et al. (2016), com algumas modificações. Após a formação dos coacervados foi realizado o ajuste dos valores de pH, nos valores de: 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 e 9, e agitação por 2 minutos.

As amostras foram transferidas para erlenmeyers, e adicionados 50 mL de hexano, com agitação por 1 minuto. Posteriormente, a amostra foi centrifugada a 15.303xg por 10 min a 25°C, para a completa separação de fases. A fase orgânica contendo o hexano foi isolada e rotoevaporada para a quantificação do óleo liberado. A quantificação dos resultados foi feita por espectrofotometria UV-Vis (MODLEO) a 450 nm.

2.5.6 Análise morfológica das microcápsulas

Os coacervados foram analisados em microscópio óptico (MET) Zeiss. As amostras das microcápsulas secas por liofilização e estufa foram preparadas sobre lamínulas de vidro e levadas para observação no microscópio óptico.

2.6. ANÁLISE ESPECTROSCÓICA DE INFRAVERMELHO

As amostras das micropartículas foram analisadas por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier utilizando um sensor de refletância total atenuada em um espectrômetro (FTLA 2000- 102, ABB-BOMEN, EUA). A varredura foi realizada na faixa de comprimento de onda de 400-4000 cm^{-1} , resolução de 4 cm^{-1} .

2.7 ANÁLISE TÉRMICA DAS MICROPARTÍCULAS

Para avaliar resistência a temperatura das micropartículas foi seguida a metodologia de Heck (2017). Cerca de 0,5 g microcápsulas foram aquecidas a 75 °C em uma faixa de tempo (24h/15min/5min). Na sequência, as microcápsulas foram analisadas em microscópio óptico para verificar sua integridade.

As microcápsulas foram analisadas por termogravimétrica (TGA) utilizando um Perkin Elmer STA 6000, 25 – 300°C como faixa de temperatura, vazão de nitrogênio a 50 mL/min, 10°C como taxa de aquecimento.

2.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Análise de variância dos dados que seguiram um delineamento fatorial foi realizada com três repetições usando o programa Statistica 14.0.0.15 (Tibco®). Na comparação das médias utilizou-se o teste de Tukey ao nível de 5% de significância.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO DAS MATRIZES ENCAPSULANTES

Durante o preparo da solução de extrato de soja, a alcalinização da solução é importante para promover a solubilidade devido a alterações nas conformações estruturais das proteínas (Aluko&Yada, 1995). As proteínas quando expostas a tratamento alcalino sofrem desnaturação, desdobramento e exposição de grupos reativos dos polipeptídios (Valenzuela, 2013). Sendo assim, a alcalinização do extrato de soja para que ocorra a formação do complexo com o amido modificado aniônico.

Por meio da análise de potencial zeta nas amostras de extrato de soja e amido de mandioca modificado (tabela 6) foi possível estimar as concentrações das matrizes encapsulantes para a formação dos coacervados sem o óleo de canola. Observando as cargas dos biopolímeros individualmente, duas condições de formação das microcápsulas foram selecionadas (pH 4 e 5). Nessas condições foi verificada a possibilidade de formação dos complexos dos biopolímeros haja vista as cargas negativas do amido e positiva do extrato de soja.

Tabela 6. Potenciais zeta (mV) das soluções de amido de mandioca modificado (2% m/v) e extrato de soja (5% m/v) na faixa de pH de 2 a 6.

Amostra	pH	Potencial Zeta(mv)
Amido modificado	2,0	- 5,57
Amido modificado	3,0	- 6,45
Amido modificado	4,0	- 9,91
Amido modificado	5,0	- 12,8
Amido modificado	6,0	- 12,01
Extrato de Soja	2,0	- 29,8
Extrato de Soja	3,0	22,8
Extrato de Soja	4,0	13,0
Extrato de Soja	5,0	10,3
Extrato de Soja	6,0	- 25,43

Fonte: Própria autora AJEITRAR TABELA

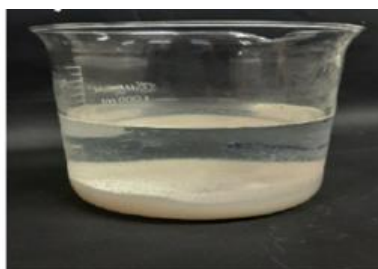
A proporção estimada de biopolímeros ES/AA foi de 1:1 (m/v) em pH 4,0 e 2:1 m/v) em pH 5,0. Na tabela 7 pode-se observar os valores de potencial zeta obtidos após a deposição dos coacervados nestas condições. Quanto mais próximo de zero for o valor do zeta mais propícia estará a solução à formação dos coacervados e sua precipitação (Figura 6) Ambas as proporções 1:1 e 2:1 em pH 4,0 e 5,0 apresentaram valores de potencial zeta próximos (Tabela 7). No geral, as proteínas vegetais possuem uma carga positiva abaixo do seu ponto isoelétrico, enquanto os polissacarídeos aniônicos são carregados negativamente acima de seu pKa. A interação entre esses dois biopolímeros em pH abaixo do ponto isoelétrico da proteína e acima do pKa do polissacarídeo conduz à formação de complexos eletrostáticos solúveis ou insolúveis.

Tabela 7. Potencial Zeta de solução aquosa contendo os após a formação dos coacervados de amido e mandioca modificado e extrato de proteína de soja em pH 4 e 5

Tratamentos	pH	Potencial Zeta (mV)
ES + AA (1:1 m/v)	4,0	- 0,66
ES + AA (2:1 m/v)	5,0	- 0,60

ES (extrato de soja), AA (amido modificado), Fonte: Própria autora.

Figura 6. Imagem representativa da precipitação dos coacervados de amido modificado e extrato de soja contendo óleo de canola.



8.2 FORMAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS COM ÓLEO DE CANOLA

A influência da concentração de óleo de canola (0,5 e 1g) e do processo de secagem foi avaliada sobre o rendimento final das partículas (Tabela 8). Analisando-se os rendimentos dos encapsulados, verificou-se que os maiores valores encontrados foram em pH 5. Os menores rendimentos foram nas seguintes condições a) pH 4 com 0,5 e 1g de óleo e secos por liofilização e estufa, respectivamente; b) pH 5 com 1g e secagem em estufa.

Tabela 8. Rendimentos de micropartículas de óleo de canola, secas por liofilização e estufa.

pH	Quantidade de óleo	Processo de Secagem	Rendimento
4,0	0,5g	Estufa	33,81% (b,c)
4,0	0,5g	Liofilizada	24,19% (a,b)
4,0	1g	Estufa	14,45% (a)
4,0	1g	Liofilizada	34,64% (b,c)
5,0	0,5g	Estufa	50,56% (b,c)
5,0	0,5g	Liofilizada	36,78% (c)
5,0	1g	Estufa	12,40% (a)
5,0	1g	Liofilizada	46,00% (b,c)

Médias seguidas da mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade de erro. Fonte: Própria autora.

A secagem por liofilização é vantajosa na conservação dos compostos bioativos sensíveis à elevação da temperatura (MALACRIDA e MOTTA, 2005), enquanto a secagem em estufa,

embora seja de menor custo, representa um risco a perda de propriedades funcionais de bioativo.

3.3 CARACTERIZAÇÃO DAS MICROCÁPSULAS

3.3.1 Análise de Tamanho de Partícula

Os tamanhos das microcápsulas obtidos após o processo de coacervação variaram de 2,38 μm a 2,90 μm (Tabela 9). As partículas utilizadas na aplicação na indústria de alimentos geralmente são inferiores a 100 μm , tendo como objetivo evitar a percepção sensorial na boca (KAUSHIK et al., 2015). Analisando os resultados, as micropartículas apresentaram um tamanho adequado para uso na indústria de alimentos. Na literatura são encontrados vários estudos relacionando o tamanho de partícula ao tempo e velocidade de agitação das soluções poliméricas, viscosidade, a quantidade do recheio e polímeros, pH, a taxa de resfriamento e a secagem (FAVARO-TRINDADE, PINHO E ROCHA, 2008; SILVA, 2016). Silva et al. (2017) produziram microcápsulas de goma de cajueiro e quitosana contendo óleo de pequi com tamanho de $4.81 \pm 0.47 \mu\text{m}$ e $2.72 \pm 0.65 \mu\text{m}$, sendo resultados próximos aos encontrados no presente estudo. Nori et al. (2011) obtiveram tamanhos com variação de 20 a 30 μm , para microcápsulas de própolis com proteína isolada de soja e pectina. Silva et al. (2017) destacaram que a análise de microscopia óptica pode ser mais adequada que outras técnicas para analisar o tamanho de microcápsulas, considerando que podem ocorrer em solução precipitação de coacervados e aglomeração de partículas, além de perturbações involuntárias que podem dificultar a medição dos tamanhos.

Tabela 9. Tamanho de partícula dos coacervados úmidos de extrato de soja, amido de mandioca modificado, com óleo de canola submetidos ao tratamento de pH 4,0 e 5,0.

Tratamentos	Tamanho (μm) $\pm$ DP
ES + AA + 0,5 g de óleo (pH 4,0)	2,59 $\pm$ 0,5
ES + AA + 0,5 g de óleo (pH 5,0)	2,53 $\pm$ 0,6
ES + AA + 1g de óleo (pH 4,0)	2,61 $\pm$ 0,12
ES + AA + 1g de óleo (pH 5,0)	2,38 $\pm$ 0,51

Médias $\pm$ DP (Desvio Padrão) dos testes realizados em 3replicatas. ES (extrato de soja), AA (amido modificado).

Fonte: Própria autora

3.3.2 Eficiência de encapsulamento (EE)

Está análise é importante para avaliar a eficiência do processo de encapsulação do óleo, em outras palavras, avaliar a porcentagem de óleo retido no interior das cápsulas. Altos valores de EE indicam expressiva quantidade do composto ativo no interior das microcápsulas. Nos tratamentos utilizados pode-se observar que no geral, amostras secas por liofilização com diferentes quantidades de óleo e variação de pH (4 e 5) apresentaram um maior valor de EE (Tabela 10). Os melhores resultados encontrados, com valores variando de 70,33 a 92,22%, estão de acordo com outros trabalhos da literatura. Ciftci e Temelli (2016) destacaram a eficiência de encapsulação de 91,9% para óleo essencial de hortelã utilizando partículas lipídicas de óleo de canola hidrogenado. Rojas (2018) relatou a eficiência de cerca de 99% para micropartículas de ácido esteárico contendo óleo de chia, utilizando o método de homogeneização a quente. Mendanha et al. (2009) obtiveram eficiência de encapsulamento variando de 91,62% a 78,8% para microcápsulas de ácido ascórbico obtidas por coacervação complexa usando proteína isolada de soja (SPI)/pectina.

Tabela 10. Eficiência de encapsulamento de micropartículas de óleo de canola usando matriz de extrato de soja e amido de mandioca modificado formadas em diferentes pH e submetidas a secagem por liofilização e estufa.

Tratamentos	Método de secagem	pH	EE % - média ± DP
ES+ AA + 0,5g de óleo	Estufa	4,0	24,00 ± 7,20 (b)
ES+ AA+ 0,5g de óleo	Estufa	5,0	72,59 ± 0,20 (a)
ES+ AA+ 0,5g de óleo	Liofilização	4,0	85,95 ± 4,19 (a)
ES+ AA+ 0,5g de óleo	Liofilização	5,0	83,93 ± 3,03 (a)
ES+ AA+ 1g de óleo	Estufa	4,0	49,52 ± 5,16 (c,d)
ES+ AA+ 1g de óleo	Estufa	5,0	43,99 ± 0,13 (b,c)

ES+ AA+ 1g de óleo	Liofilização	4,0	92,22 ± 0,96 (a)
ES+ AA+ 1g de óleo	Liofilização	5,0	70,33 ± 0,22 (d,a)

ES (extrato de soja), AA (amido modificado). Médias ± DP (Desvio Padrão) dos testes realizados em 3 replicatas, EE% (eficiência de encapsulamento). Médias seguidas da mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade de erro Fonte: Própria autora.

3.3.4 Solubilidade

A solubilidade das microcápsulas submetidas a dois tipos secagem foram avaliadas. A solubilidade é a quantidade máxima que uma substância pode se dissolver em um líquido (ALEXANDRE et al., 2019). A baixa solubilidade dos tratamentos é importante para a obtenção de microcápsulas estáveis em meio aquoso, com propriedades favoráveis a liberação controlada (COMUNIAN, 2013).

Comparando o efeito da secagem na solubilidade das amostras pode-se observar que os tratamentos submetidos a secagem por liofilização apresentam uma menor solubilidade, variando de 18,9% a 32,6% com diferentes quantidades de óleo e pH (Tabela 11). Valores inferiores foram encontrados por Mendanha et al. (2009) que obtiveram valores de solubilidade de 3,71% a 7,68% para microcápsulas obtidas por coacervação complexa, de proteína isolada de soja (SPI)/pectina e ácido ascórbico. Alexandre et al. (2019) produziram microcápsulas obtidas por coacervação complexa de goma de cajueiro, gelatina e óleo pequi e obtiveram solubilidade variando de 1,08 a 4,82%.

Tabela 11. Solubilidade das microcápsulas de amido modificado e extrato de soja submetidas a secagem em estufa e liofilizados produzidas em diferentes pH e quantidade de óleo.

Solubilidade (%)			
Tratamentos	Secagem	pH	Médias ± DP
ES+ AA/1g de óleo	Liofilização	5,0	32,6± 0,7 (a,b)
ES+ AA/1g de	Liofilização	4,0	18,9± 2,1 (a)

óleo			
ES+ AA/1g de óleo	Estufa	5,0	68,6 ± 4,5 (e,b)
ES+AA/1g de óleo	Estufa	4,0	57,3 ± 3,1 (c)
ES+AA/0,5g de óleo	Liofilização	5,0	25,4 ± 4,05 (a,b)
ES+AA/0,5g de óleo	Liofilização	4,0	20,9 ± 2,6 (a,b)
ES+AA/0,5g de óleo	Estufa	5,0	46,7 ± 5,7 (c,d,e)
ES+AA/0,5g de óleo	Estufa	4,0	36,8± 0,5 (d)

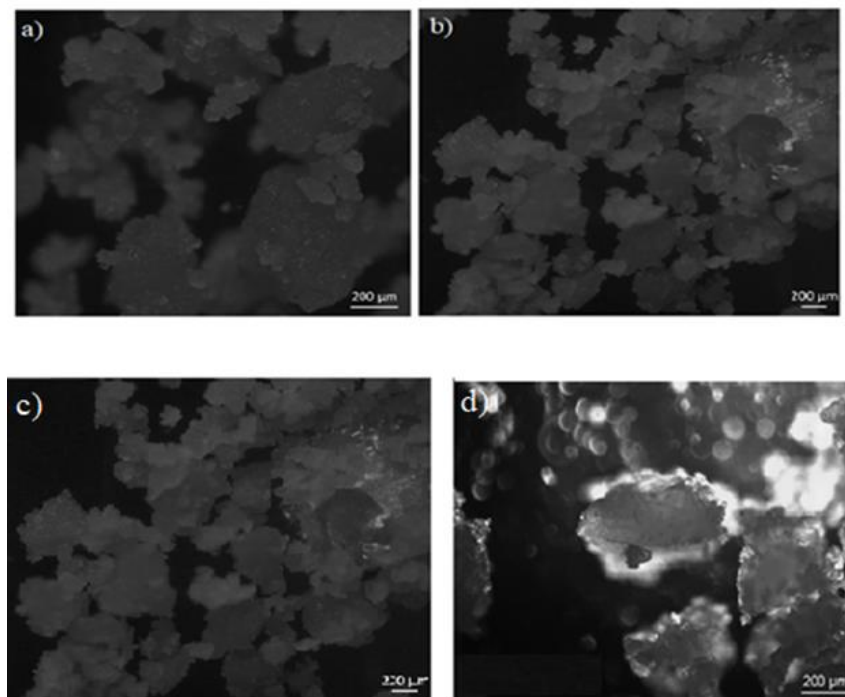
ES (extrato de soja), AA (amido modificado). Médias ± DP (Desvio Padrão) dos testes realizados em 3 replicatas. Médias seguidas da mesma letra não diferem estatisticamente pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade de erro. Fonte: Própria autora.

3.3.6 Características das microcápsulas por microscopia óptica

As micrografias óticas obtidas demonstram uma agregação das partículas independentes da presença de óleo e do método de secagem utilizado (figura 7). As imagens mostram partículas aglomeradas com formas irregulares, sem rachaduras evidentes, sendo um bom indicativo de que o material ativo estava protegido. Análises semelhantes foram realizados por Noriet al. (2011) e Mendanha et al. (2009) que produziram microcápsulas com parâmetros bem parecidos com o do presente estudo, utilizando o método de coacervação complexa e secagem por liofilização, onde foi possível verificar que o tamanho das microcápsulas era irregular e muitas delas exibiam uma forma arredondada. Fujiwara (2012) ao testar uma formulação com microcápsulas de amido utilizando a técnica de gelificação iônica e secagem

por liofilização verificou-se que as micropartículas apresentaram formato esférico e observaram forte influência da liofilização na estrutura das micropartículas.

Figura 7. Imagens obtidas por Microscopia Ótica (MO) de micropartículas coacervadas e pH 5 (a): 1 g de óleo secas por liofilização; (b): 1 g de óleo secas por estufa. Imagens obtidas por Microscopia Ótica (MO) de micropartículas coacervadas (c): sem óleo secas por liofilização; (d): sem óleo secas por estufa.



Fonte: Própria autora.

3.3.5 Liberação controlada do óleo de canola

A análise de liberação em faixa de pH de 2 a 9 foi feita para os tratamentos submetidos a secagem por liofilização e formadas a partir de 1 g de óleo de canola em pH 4 e 5 (Tabela 12). A secagem por liofilização foi avaliada neste estudo, pois obteve melhores resultados de rendimento, eficiência de encapsulamento e solubilidade. Não foi encontrada diferença significativa entre os diferentes tratamentos, mostrando que as microcápsulas apresentam um comportamento homogêneo frente a faixa de pH estudada.

Tabela 12. Liberação em faixa de pH de 2 a 9 de partículas de óleo de usando matriz de extrato de soja e amido de mandioca modificado secas por liofilização . Amostra 1 (pH 4,0 – 1 g de óleo) e , Amostra 2 (pH 5,0 – 1 g de óleo).

	Amostra 1	Amostra 2
pH 2	31,8 ± 3,6	26,8 ± 5,8
pH 3	32,3 ± 3,3	20,1 ± 3,1
pH 4	29,1 ± 2,9	25,9 ± 5,0
pH 5	25,9 ± 2,6	27,1 ± 5,9
pH 6	25,8 ± 2,6	30,6 ± 6,6
pH 7	27,5 ± 2,7	27,4 ± 5,9
pH 8	25,8 ± 3,9	25,3 ± 5,8
pH 9	28,7 ± 2,8	28,2 ± 6,1

Médias ± DP (Desvio Padrão) dos testes realizados em 3 replicatas.

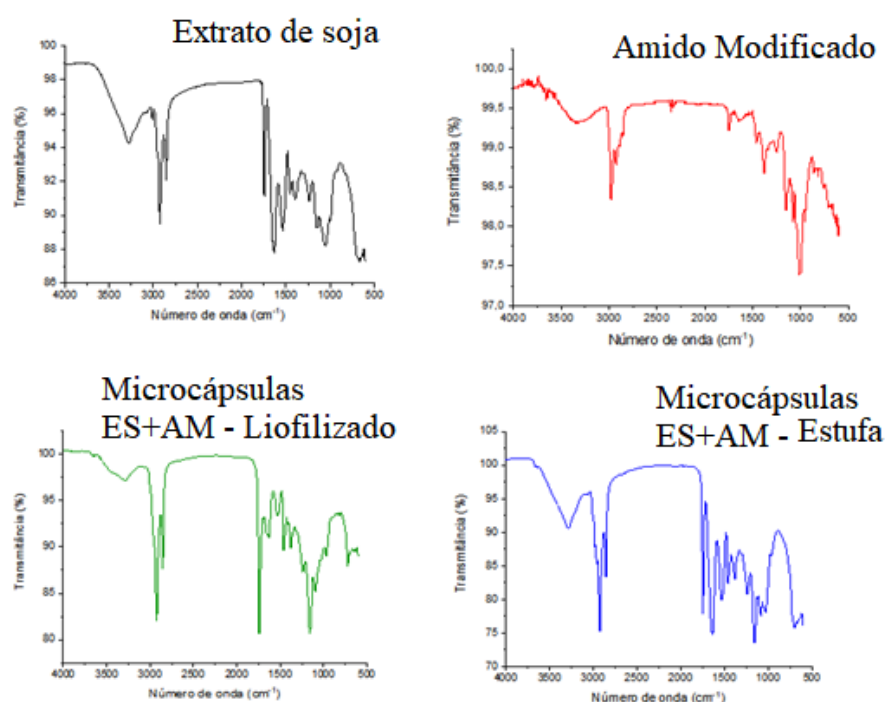
O pH do meio em que as partículas estão inseridas pode interferir no complexo formado. As forças de atração do tipo eletrostática podem ser rompidas pela simples mudança do pH do meio (Comunian et al., 2016). A depender da matriz usada, os coacervados possuem diferentes comportamentos frente a diferentes pH. Ao contrário dos resultados encontrados neste trabalho outros autores encontraram diferentes comportamentos das partículas frente ao pH. Silva (2016) analisou os resultados de goma de cajueiro e quitosana e verificou que em pH 7 ocorreu 10% de liberação do óleo, e em pH 5 ocorreu maior liberação do óleo de pequi. Comunian et al. (2016) obtiveram resultados de maior liberação de ácido ascórbico em pH baixo, próximo a 2 e menor liberação em pH próximo de 8, utilizando como material de parede goma de cajueiro/gelatina.

3.4. ANÁLISE ESPECTROSCÓPICA DE INFRAVERMELHO

No espectro FTIR do extrato de soja de soja, observou-se três picos característicos de proteínas: a banda amida I em 1634 cm⁻¹, que está associada ao grupo carbonila, a banda amida II em 1534 cm⁻¹, que corresponde à deformação angular de N-H, e a banda amida III em 1234 cm⁻¹, que está relacionada ao alongamento de C-N e à deformação angular de N-H (FERREIRA *et al.*, 2021) (Figura 8). O pico em 3278 cm⁻¹ está relacionado com as vibrações de tração de O-H e N-H. Os picos em 2850 e 2920cm⁻¹ estão relacionados à vibração de tração C-H. O pico em 1620cm⁻¹ está relacionado à vibração de tração C-O do grupo amida e

o pico em 1540 cm^{-1} está relacionado à vibração de tração do grupo N–H do grupo amida. O pico em 1025 cm^{-1} está relacionado à vibração de tração C–O e o pico em 1240 cm^{-1} está relacionado à vibração de tração C–N (ASADZADEH AND PIRSA, 2020).

Figura 8. Espectros FTIR de extrato de soja, amido modificado e micropartículas de Extrato de Soja/Amido de mandioca modificado/ Óleo de canola (secas por liofilização e secas por estufa).



Fonte: Própria autora

O espectro do amido modificado neste trabalho teve um perfil próximo do amido nativo conforme descrito na literatura (PLATA-OVIEDO, 1998). A ampla faixa localizada na região de 3450 cm^{-1} corresponde à vibração dos grupos hidroxilas O–H (DIOP et al., 2011). Os picos encontrados na região de 2930 cm^{-1} e 1641 cm^{-1} são atribuídos à vibração de alongamento C–H e à água (H_2O) fortemente ligada no amido, respectivamente. O pico localizado em 1157 cm^{-1} refere-se à posição de alongamento de C–O–C. Os picos distinguidos em 1080 cm^{-1} e 1018 cm^{-1} referem-se à posição de alongamento da ligação C–O (DIOP et al., 2011; ZUO et al., 2013). As bandas localizadas em 930 cm^{-1} e 763 cm^{-1} indicam que o polímero está formado por unidades de α -D-glicopirranose (PLATA-OVIEDO, 1998).

As micropartículas secas por liofilização (ML) e secas por estufa (MSE) apresentaram alguns picos com intensidades diferentes, quando comparados ao material puro (soja e amido). Um leve aumento na intensidade do pico em 1642 cm^{-1} e seu deslocamento para

1635 cm^{-1} foram observados. Este pico em 1630 cm^{-1} pode ser atribuído à vibração de estiramento C-N e corresponde aos produtos da reação de Maillard, que é causada pelo aquecimento induzida pelas interações entre proteína e amido. Assim, o pico em 1630 cm^{-1} indica interação entre proteínas e amido, o processo de aquecimento é evidenciado durante o processo de secagem em estufa (OCHOA-YEPES et al., 2019).

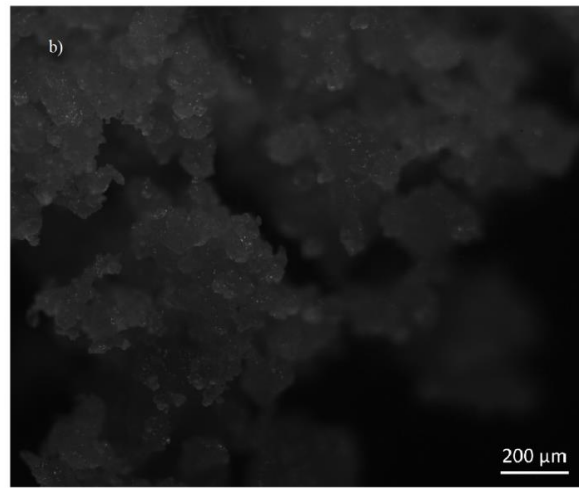
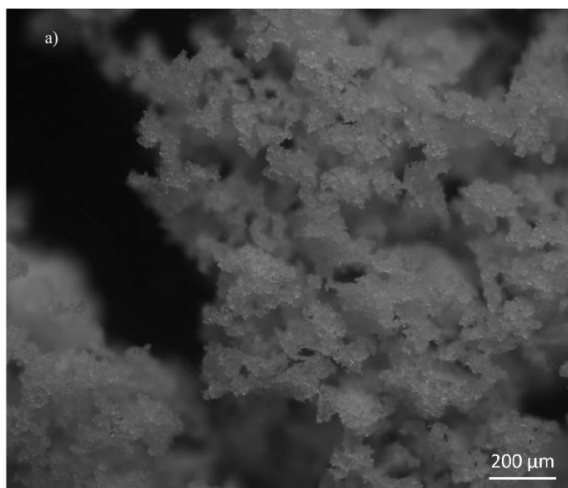
A banda observada na faixa de 3500–3000 cm^{-1} está relacionada ao alongamento de OH e NH, que permite a formação de pontes de hidrogênio. Os espectros FTIR de todas as amostras mostraram este pico. Para as amostras de soja e MSE, a banda observada na faixa de 3500–3000 cm^{-1} foi estreitando o que é característico de mais ligações NH, indicando a presença de proteína. Para as amostras de amido e ML, observou-se um pico mais arredondado, o que indica que mais grupos OH estão presentes, característico em amido (GARRIDO et al., 2016).

3.5 AVALIAÇÃO TÉRMICA DAS MICROPARTÍCULAS

De forma a conhecer o comportamento das amostras para uma aplicação futura com etapa de cocção, as amostras foram submetidas à temperatura de 75 °C e sua integridade foram avaliadas ao final do processo. Segundo a legislação brasileira (Portaria 2619, de 06 de dezembro de 2011) na etapa de cocção os alimentos devem atingir no mínimo 74°C no seu centro geométrico ou combinações de tempo e temperatura como 65°C por 15 minutos ou 70°C por 2 minutos.

Os tratamentos escolhidos para análise foram ES+AM – 1g de óleo, pH 5,0, secos por liofilização e estufa, nos tempos de cocção (75°C) de 5 minutos, 15 minutos e 24 h. Nos tempos de 5 e 15 minutos não houve grandes alterações na morfologia das microcápsulas após aquecimento (figura 9 e 10). Porém, após 24 h, é possível observar uma diferença na morfologia das microcápsulas, e a presença do óleo fora delas no tratamento submetido a secagem em estufa, indicando que houve liberação do óleo (Figura 11).

Figura 9. Microcápsulas de óleo de canola e matriz de extrato de soja e amido de mandioca modificado, aquecidas a 75 °C por 5 minutos, (a) secagem por liofilização, (b) secagem por estufa.



Fonte: Própria autora.

Figura 10. Microcápsulas de óleo de canola e matriz de extrato de soja e amido de mandioca modificado. Aquecidas a 75 °C por 15 min, (a) secagem por liofilização, (b) secagem por estufa.

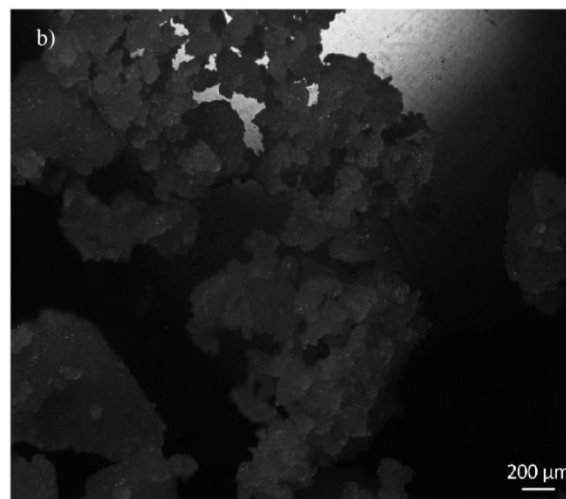
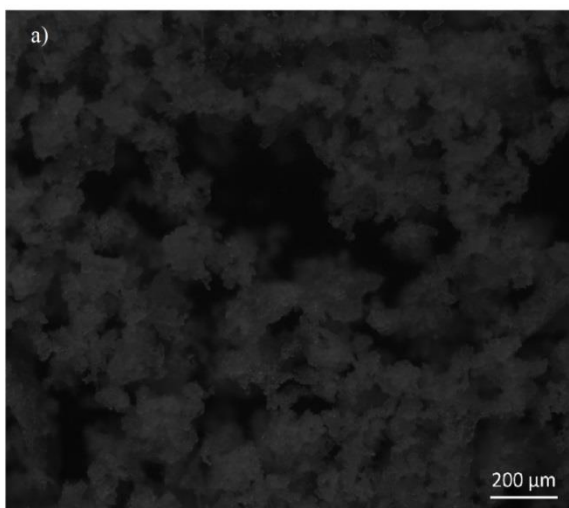
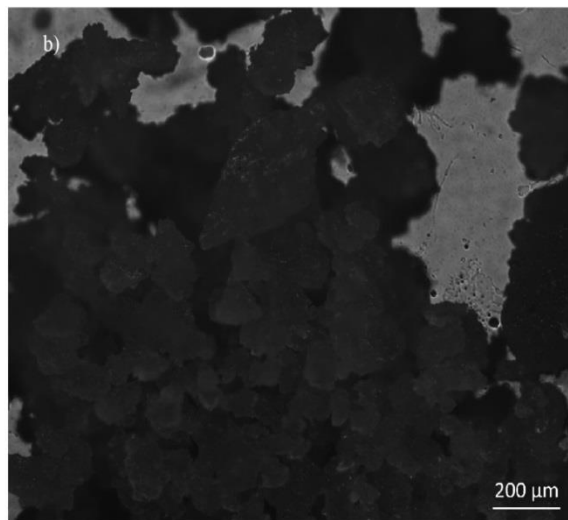
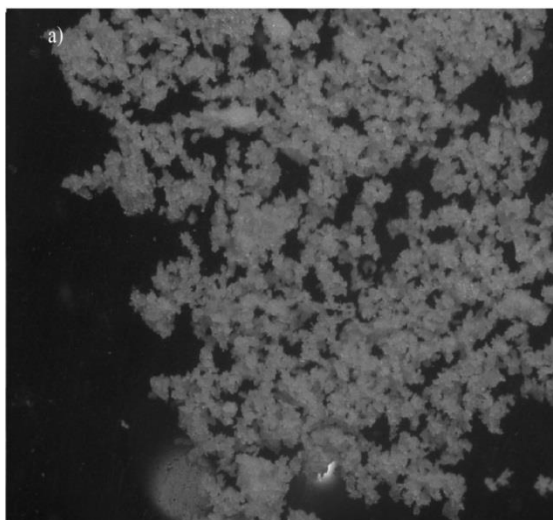


Figura 11. Microcápsulas de amido modificado, extrato de soja e amido modificado, aquecido a 75 °C por 24 h, (a) secagem por liofilização, (b) secagem por estufa. A seta indica liberação de óleo para o meio. Fonte: Própria autora.

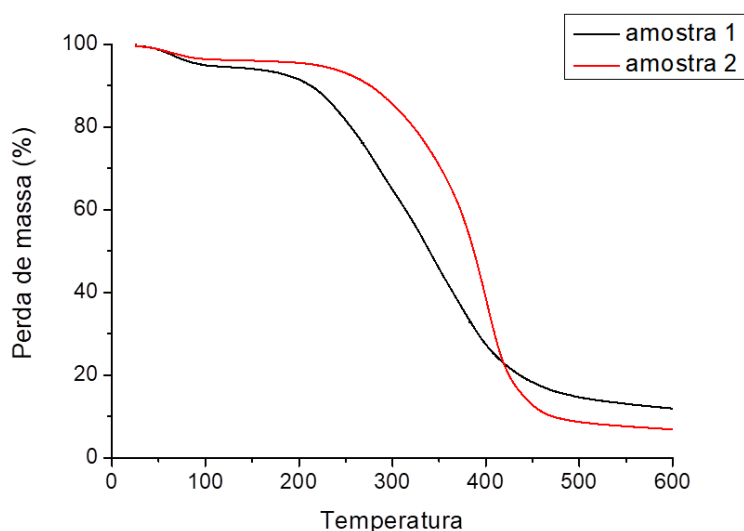


A análise termogravimétrica (TGA) é usada para investigar a estabilidade térmica, a decomposição, desidratação e oxidação de materiais (XIAO et al., 2014). A TGA mede as variações da massa de uma amostra em função da temperatura e do tempo durante o aquecimento (TENGKU-ROZAINA, BIRCH, 2019).

A Figura 12 indica a perda de massa dos microencapsulados, onde na amostra 1 (microcápsulas secas por estufa) a perda de massa do material ocorreu no pico de temperatura a 200°C, e a amostra 2 (microcápsulas secas por liofilização) a perda de massa ocorreu no pico de temperatura a 300°C, indicando que as microcápsulas secas por liofilização apresentaram melhor estabilidade térmica e sofrem degradação em maior temperatura.

Autores corroboram com os resultados encontrados no presente estudo. Nesterenko et al. (2012) realizaram análises termogravimétricas em proteína isolada de soja e perceberam redução de massa a partir de 200°C. Comportamento também observado por Guerrero et al. (2010), para isolado proteico de soja puro, com redução na faixa de 200 a 400°C. Além de ter sido possível observar que as microcápsulas estudadas pelos autores apresentaram temperatura de degradação na faixa entre 300 a 550°C.

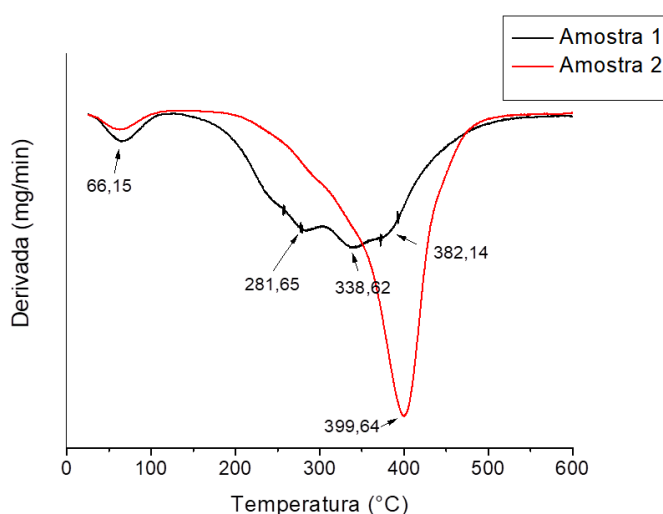
Figura 12. Perda de massa (%) das microcápsulas de óleo de canola com matriz de extrato de soja e amido de mandioca modificado em pH5 secas por estufa (amostra 1) e secas por liofilização (amostra 2).



Na figura 13 é possível observar a temperatura de degradação de cada microencapsulado. O pico máximo apresentado em ambas às condições é atribuído à degradação da rede polimérica. Os picos 66,15 a 281,65 da amostra 1 (microcápsulas secas por estufa) podem ser

relacionados a perda de água residual nas amostras. As microcápsulas secas por estufa (amostra 1) apresentaram maior instabilidade frente a temperatura de degradação, sendo possível identificar dois picos a 338,62 °C e 382,14 °C, enquanto as microcápsulas secas por liofilização se mostraram mais estáveis por apresentarem apenas um pico que indica temperatura de degradação a 399,64°C.

Figura 13. Temperatura de degradação das microcápsulas secas por estufa (amostra 1) e secas por liofilização (amostra 2).



Autores realizaram a análise termogravimétrica e obtiveram resultados referente a temperatura de degradação de suas microcápsulas, onde Fayad (2010) produziu Microcápsulas de isolado proteico de soja e óleo de Copaíba, pelo método de coacervação, e obteve temperatura de degradação de 322 °C. Felix et al. (2015) produziram microcápsulas de óleo essencial de canela que utilizando goma arábica, maltodextrina e isolado proteico de soro de leite como material de parede, utilizando o método de Spray Dryer, pode-se prever que a temperatura máxima no qual as microcápsulas podem ser submetidas é de 200°C.

CONCLUSÃO

Foram obtidas com sucesso micropartículas de amido modificado e extrato de soja por coacervação complexa. Melhores condições de características tecnológicas foram obtidas para partículas de amido modificado e extrato de soja usando a proporção de 2:1 em pH5 e secos por liofilização. Os tamanhos de partículas obtidos inferiores a (100 um) são desejáveis sob o ponto de vista sensorial. O baixo percentual de solubilidade encontrado indica a

formação de microcápsulas estáveis em meio aquoso, o que poderia favorecer uma liberação controlada do óleo de canola ao longo do tempo. Apesar de este trabalho ter avaliado um tempo de 24 horas de liberação, as micropartículas apresentaram baixa liberação controlada mesmo variando o pH de 2 a 9. Um tempo maior de avaliação do aspecto de liberação poderia ser avaliado futuramente. Os resultados de análise térmica indicaram que a matriz encapsulante possibilita sua aplicação em produtos que passarão pela etapa de cocção, e suporta temperaturas elevadas, apresentando melhor estabilidade.

REFERÊNCIAS

- ALVIM, I. D. Produção e caracterização de micropartículas obtidas por spray drying e coacervação complexa e seu uso para alimentação de larvas de peixes. 2005. 277f. **Tese (Doutorado em Alimentos e Nutrição)** - Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, 2005.
- ALEXANDRE, Joana de Barros et al. Cross-linked coacervates of cashew gum and gelatin in the encapsulation of pequi oil. **Ciência Rural**, v. 49, 2019.
- BACKES, A.M. Desenvolvimento de produto cárneo fermentado adicionado de óleo de canola. Dissertação de Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos. Universidade Federal de Santa Maria. Rio Grande do Sul, 2011.
- CANO-CHAUCA, M.; STRINGHETA, P. C.; RAMOS, A. M.; CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 429-438, 2005.
- CHAN, E. S.; et al. Effects of starch filler on the physical properties of lyophilized calcium-alginate beads and the viability of encapsulated cells. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, p. 225-232, 2011.
- CHECCI, HM. **Fundamento teórico e prático em um análise de alimentos**. Editora da Unicamp, Campinas, SP. 2ª ed, 2003.
- CIFTCI, O. N.; TEMELLI, F. **Formation of solid lipid microparticles from fully hydrogenated canola oil using supercritical carbon dioxide**. **Journal of Food Engineering**, v. 178, p. 137-144, 2016.
- COMUNIAN, A. T. Microencapsulação de ácido ascórbico por coacervação complexa e dispositivos microfluidicos: estudo estrutural, estabilidade e aplicação das microcápsulas. **Dissertação** (Mestrado em Ciências), Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos. Pirassununga, 2013.
- DIOP, C. I. K.; LI, H. L.; XIE, B. J.; SHI, J. Effects of acetic acid/acetic anhydride ratios on the properties of corn starch acetates. **Food Chemistry**, v. 126, p. 1662-1669, 2011.

DIAS, M. I. M. Cultura in vitro e técnicas de microencapsulação: aumento da produção e da estabilidade de compostos bioativos de espécies vegetais. **Tese (Doutorado em Química Sustentável)**, Faculdade de Ciências, Universidade do Porto, Porto, 2017.

ESTEVINHO, B.; 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.

FERREIRA, L.F.; et al. Characterization of cassava starch/soy protein isolate blends obtained by extrusion and thermocompression, **Industrial Crops and Products**, v. 160, 2021.

FUJIWARA, Gislene Mari Microencapsulação de estigmasterol utilizando alginato de sódio, quitosana e amido / Gislene Mari Fujiwara. – Curitiba, 2012. 119f.: Il. (algumas color.); 30cm. **Dissertação (Mestrado)** – Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Setor de Ciências da Saúde, Universidade Federal do Paraná, 2012.

FÁVARO-TRINDADE, Carmen Silvia e PINHO, Samantha Cristina de e ROCHA, Glaucia Aguiar. **Revisão: microencapsulação de ingredientes alimentícios.** *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 11, p. 103-112, 2008. . Disponível em:

<http://www.ital.sp.gov.br/bj/artigos/bjft/2008/v11n24407.pdf>. Acesso em: 21 dez. 2022.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing Technologies and trends. **Trends in Food Science & Technology**, v. 15, p. 330–347, 2004.

FAYAD, S. J. Obtenção e caracterização de micro e nanopartículas a base de proteína isolada de soja. 2010. 106f. **Dissertação (Mestrado em Química)** – Departamento de Química. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.

FELIX, P.H.C et al., Termogravimetria (tga) de microcápsulas de óleo essencial de canela. XXIV CONGRESSO DE PÓS-GRADUAÇÃO DA UFLA, 2015.

GONÇALVES, N.D.; PENA, F.L.; SARTORATTO, A.; DERLAMELINA, C.; DUARTE, M.C.T.; ANTUNES, A.E.C.; PRATA, A.S. Encapsulated thyme (*Thymus vulgaris*) essential oil used as a natural preservative in bakery product. *Food Research International*, v. 96, n. 3, p. 154-160, 2017.

GUO-YAN Li a , et al.,. Soy protein-polysaccharide complex coacervate under physical treatment: Effects of pH, ionic strength and polysaccharide type. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**.v. 68, 102612. 2021.

GOMEZCACERES, P. L.; OLIVEIRA, F. M. N.; ANDRADE, J. S.; MOREIRA FILHO, M. Cinética de secagem da polpa cupuaçu (*Theobromagrandiflorum*) pré desidratada por imersão-impregnação. **Revista de Ciências Agrônômicas** , v. 44, n. 1, p. 102-106, 2013. <http://dx.doi.org/10.1590/S1806-66902013000100013>.
» <http://dx.doi.org/10.1590/S1806-66902013000100013>

GUERRERO, P. et al. Mechanical and thermal properties of soy protein films processed by casting and compression. *Journal of Food Engineering*, v. 100, n. 1, p. 145-151, 2010.

HIGUITA, Diana Maria Cano. Microencapsulação de oleoresina de cúrcuma (*Curcuma longa* L.) em misturas de goma arábica, maltodextrina e amido modificado. 2013. 87f. **Dissertação**

(Mestrado em Engenharia e Ciências dos Alimentos) - Departamento de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho, São José do Rio Preto-SP, 2013.

HECK, R. T. Aplicação de óleo microencapsulado de chia e de linhaça em hambúrgueres promovendo a melhoria do perfil lipídico. **Dissertação de Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos**. Universidade Federal de Santa Maria. Rio Grande do Sul, 2017.

HECK, R.T, et al. Hydrogelled emulsion from chia and linseed oils: A promising strategy to produce low-fat burgers with a healthier lipid profile. *Meat Science*, v. 156, n. 6, p. 174-182, 2019.

JONES, O. G.; MCCLEMENTS, D. J. Functional Biopolymer Particles: Design, fabrication and applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 9, n. 4, p. 374-397, 2010.

KAUSHIK, P. DOWLING, K.; BARROW, C. J.; ADHIKARI, B. Microencapsulation of omega-3 fatty acids: A review of microencapsulation and characterization methods. **Journal of Functional Foods**, v. 19, p. 868-881, 2015. Disponível em:
<<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S175646461400228X?via%3Dihub>>

LEMOES, Y. P. **Microencapsulação de óleo de buriti por coacervação complexa em matrizes de gelatina/alginato**. Dissertação de mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”. São José do Rio Preto, 2017.

MALACRIDA, C. R.; MOTTA, S. Compostos fenólicos totais e antocianinas em suco de uva. **Food Science and Technology**, v. 25, n. 4, p. 659-664, 2005.
<http://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612005000400006>.

MENDANHA, D.V. et al., Microencapsulação de hidrolisado de caseína por coacervação complexa com SPI/pectina. *FoodResearchInternational*, v. 42. p. 1099-1104. 2009.

NORI, P.M et al., Microencapsulação de extrato de própolis por coacervação complexa LWT - Ciência e Tecnologia de Alimentos. v. 44, n. 2, p. 429-435. 2011.

NAZZARO, F. et al. Microencapsulation in food science and biotechnology. **Current opinion in biotechnology**, v. 23, n. 2, p. 182-186, 2012.

NESTERENKO, A. et al. Influence of soy protein's structural modifications on their microencapsulation properties: α -Tocopherol microparticle preparation. *Food Research International*, v. 48, n. 2, p. 387-396, 2012.

O. Ochoa-Yepes, L. Di Gioglio, S. Goyanes, A. Mauri, L. Famá. Influence of process (extrusion/thermo-compression, casting) and lentil protein content on physicochemical properties of starch films. **Carbohydr. Polym.**, p.208, v.4 .2019.

OLIVEIRA, T. S. de; KLUCZKOVSKI, A. M.; FELIX, P. H. C.; FREITAS-SILVA, O. **Microencapsulação do óleo de castanha-do-brasil com proteínas vegetais como**

material de parede. Anais e Proceedings de eventos, Embrapa Agroindústria de Alimentos. p. 48, 2012.

OLIVEIRA, G.M.M. Interação entre SPI e CMC: Efeito do pH, concentração e diluição na medida do potencial zeta. Anais **VISimpósio de Engenharia e Ciência de Alimentos**, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” São José do Rio Preto. 2018.

PORTARIA 2619, de 06 de dezembro de 2011. Regulamento Técnico de Boas Práticas e de Controle de condições sanitárias e técnicas das atividades relacionadas à importação, exportação, extração, produção, manipulação, beneficiamento, acondicionamento, transporte, armazenamento, distribuição, embalagem, reembalagem, fracionamento e comercialização e uso de alimentos, águas minerais e de fontes, bebidas, aditivos e embalagens para alimentos. Disponível em: <https://foodsafetybrazil.org/temperatura-de-seguranca-minima-para-o-cozimento-dos-alimentos/>. Acesso 20/11/2022.

PLATA-OVIEDO, M. S. V. **Secagem do amido fermentado de mandioca: modificação química relacionada com a propriedade de expansão e características físico-químicas.** 1998. 114 f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1998.
ROJAS, Valquiria Maeda. Encapsulação de óleos de alto valor nutricional para formulação de alimentos. **Dissertação (Mestrado)** – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. Campo Mourão, 2018. 100 f. 2018.

RIBEIRO, D. FREITAS, M.; SILVA, A.M.S.; CARVALHO, F.; FERNANDES, E. Antioxidant and pro-oxidant activities of carotenoids and their oxidation products. **Food and Chemical Toxicology**, v. 120, p. 681-699, 2018.

RUIZ RUIZ, J.C.; ORTIZ VAZQUEZ, E.L.L.; SEGURA CAMPOS, M.R. Encapsulation of vegetable oils as source of omega-3 fatty acids for enriched functional foods. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 57, n. 7, p. 1423-1434, 2017.

SILVA, L. C da et al. Microencapsulamento de óleo de pequi revestido com goma de cajueiro e quitosana por coacervação complexa seguida de secagem por spray drying ou liofilização. **Boletim de pesquisa e desenvolvimento, Embrapa Agroindústria Tropical**, ISSN 1679-6543; 168), 23 p. 2018.

SILVA, L. C da et al., Characterization and controlled release of pequi oil microcapsules for yogurt application. **LWT, Ciência e Tecnologia de Alimentos**. V. 157, n.1. 2022, 113105

SILVA, L. C et al., Optimization of cashew gum and chitosan for microencapsulation of pequi oil by complex coacervation. **J Food Process Preserv.** 2017; e13538. <https://doi.org/10.1111/jfpp.13538>.

SCHERR, C.; RIBEIRO, J. P. Gorduras em Laticínios, Ovos, Margarinas e Óleos: Implicações para a Aterosclerose. **Arquivo Brasileiro de Cardiologia**. v. 95, n. 1, p. 55-60, 2010.

SANCHEZ, F. M.; GARCÍA, F.; CALVO, P.; BERNALTE, M. J.; GONZÁLEZ-GÓMEZ, D. Optimization of broccoli microencapsulation process by complex coacervation using response surface methodology. **Innovative Food Science e Emerging Technologies**, v. 34, p. 243-249,

2016. Disponível em:

<<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S146685641630025X>>.

T. Garrido , A. Etxabide , P. Guerrero , K. de la Caba Caracterização de filmes de biocompósitos de ágar/proteína de soja: Efeito do ágar nos pellets extrusados e nos filmes moldados por compressão. **Carboidr. Polim.**,151, 2016.

VASCONCELOS, M.P. Óleo das amêndoas do bacuri microencapsulado por coacervação complexa: desenvolvimento e caracterização. **Mestrado em Biotecnologia**. Faculdade de Ciência Farmacêuticas, Alimentos e Nutrição da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul. 2022.

VERGALLO, C. **Nutraceutical vegetable oil nanoformulations for prevention and management of diseases**. *Nanomaterials*, v. 10, n. 6, p. 1232, 2020.

ZUANON, L. A. C.; MALACRIDA, C. R.; TELIS, V. R. N. Production of turmeric oleoresin microcapsules by complex coacervation with gelatin–gum arabic. **Journal of Food Process Engineering**, n. 36, p. 364-373, 2013.

ZHU, F. Composition, structure, physicochemical properties, and modifications of cassava starch, **Carbohydrate Polymers**, 2014. DOI: 10.1016/j.carbpol.2014.10.063.

6 CONCLUSÃO

Neste trabalho foi possível obter micropartículas de óleo de canola usando amido de mandioca modificado e extrato de soja por coacervação complexa. A secagem das micropartículas por liofilização apresentou-se como a melhor forma de desidratação. A melhor condição para a formação dos coacervados foi utilizando a proporção de 2:1 (amido/extrato de soja, m/m) em pH 5. A maior quantidade de óleo de canola testada, 1g, pode ser adotada para a microencapsulação do óleo usando esta técnica. As microcápsulas obtidas apresentaram tamanhos de partículas desejáveis sob o ponto de vista sensorial, não sendo perceptíveis ao paladar. As partículas apresentaram baixo percentual de solubilidade, alta eficiência de encapsulação e baixa liberação do óleo mesmo variando o pH de 2 a 9. As microcápsulas também apresentaram boa estabilidade frente a elevadas temperaturas..

REFERÊNCIAS

- ANJUM, F. M.; HAIDER, M. F.; KHAN, M. I.; SOHAIB, M. Impact of extruded flaxseed meal supplemented diet on growth performance, oxidative stability and quality of broiler meat and meat products. **Lipids Health Dis.**, p. 12-13, 2013.
- AKESOWAN, A. Effect of soy protein isolate on quality of light pork sausages containing konjac flour. **African Journal of Biotechnology**, v. 7, n. 24, p. 4586-4590, 2008.
- APLEVICZ, K. S. **Caracterização de produtos panificados à base de féculas de mandioca nativas e modificadas**. 2006. 131f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2006.
- ANTHERO, A.G.S. **Termoconversão do amido de mandioca (manihotesculentacrantz) na presença do ácido láctico**: caracterização de propriedades físico-químicas e aplicação como material encapsulante do ácido ascórbico. 2014. 65f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, 2014.
- BAKRY, M., ABBAS, S., ALI, B., MAJEED, H., ABOUELWABA, M. Y., MOUSA, A., & LIANG, L. Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques, and applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, p. 143–182, 2016.
- BAHRAMI, A.; DELSHADI, R.; JAFARI, S.M.; WILLIAMS, L. Nanoencapsulated nisin: An engineered natural antimicrobial system for the food industry. **Trends in Food Science & Technology**, v. 94, n. 2, p. 20-31, 2019.
- BACKES, A.M. et al. Características físico-químicas e aceitação sensorial do salame do tipo italiano com adição de óleo de canola. **Ciências Agrárias**, v.34, n.6, p.3709-3720, 2013. Disponível em: <http://www.uel.br/revistas/uel/index.php/semagrarias/article/>. Acesso em: 5 jul. 2022.
- BAEK, K.H. et al. Efeitos da substituição da gordura de volta da carne de porco por óleos de canola e linhaça nas propriedades físico-químicas das salsichas de emulsão da carne de camada gasta. **Asian-Australasian Journal of Animal Sciences**, v.29, n.6, p.865-871, 2016. Disponível em: <http://ajas.info/journal/view.php?doi=10.5713>. Acesso em: 5 jul. 2022.
- BACKES, A.M. **Desenvolvimento de produto cárneo fermentado adicionado de óleo de canola**. 2011. 145f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria. Rio Grande do Sul, 2011.
- BRUNA, J. M.; ORDONEZ, J. A.; FERNÁNDEZ, M.; HERRANZ, B.; HOZ, L. Microbial and physico-chemical changes during the ripening of dry fermented sausages superficially inoculated with or having added an intracellular cell-free extract of *Penicillium aurantiogriseum*. **Meat Science**, v. 59, p. 87–96, 2001.
- BRASILEIRO, J. S. L. **Microencapsulação de Compostos Bioativos**: inovação em diferentes áreas. 2011. 123f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade Fernando Pessoa, Paraíba, 2011.

CARNEIRO, H. C. F. **Microencapsulação de óleo de linhaça por spray drying**: influência da utilização de diferentes combinações de materiais de parede. 2011. 165f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2011.

CHECCI, H. M. **Fundamento teórico e prático em um análise de alimentos**. 2. ed. Campinas, SP: Unicamp, 2003.

CHEN, L.; REMONDETTO, G. E.; SUBIRADE, M. Food protein-based materials as nutraceutical delivery systems. **Trends In Food Science & Technology**, v. 17, p. 272–283, 2006.

COMUNIAN, T. A, GOMEZ-ESTACA, J, FERRO-FURTADO, R.; CONCEIÇÃO, G.J.A; MORAES, I.C.F; CASTRO, I. A; FAVARO-TRINDADE, C.S. Efeito de diferentes polissacarídeos e reticuladores em microcápsulas de óleo de echiumsules. **Carbohydrate Polymers**, v. 150, p. 319-329, 2016.

COSTA, J. M. G. **Eficiência de diferentes encapsulantes e condições operacionais de secagem por atomização na produção e aplicação de micropartículas de bioaroma de queijo suíço**. 2013. 169f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Belo Horizonte, Minas Gerais, 2013.

DIAS, A. B; MULLER, C. M. O.; LAROTONDA, F. D. S.; LAURINDO, B. L. Biodegradable films based on rice starch and rice flour. **Journal of Cereal Science**, v. 51, n. 2, p. 213-219, 2010.

EGHBAL, N; CHOUDHARY, R. Complex coacervation: Encapsulation and controlled release of active agents in food systems. **Food Science and Technology**, v. 90, p. 254-264, 2018.

EMPRESA BRASILEIRA DE DE PESQUISA AGROPECUARIA. Disponível em: <https://www.embrapa.br/>. Acesso em 14 jul. 2022.

FAVARO-TRINDADE, C. S.; PINHO, S. C.; ROCHA, G. A. Revisão: Microencapsulação de Ingredientes Alimentícios. **Revista Brasileira de Tecnologia de Alimentos**, v. 11, p. 103-112, 2008.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. Amidos .n.35, 2015. Disponível em: www.revista-fi.com. Acesso em 14 jul. 2022.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. Rancidez Oxidativa. n. 29, 2014. Disponível em: revista-fi.com.br. Acesso em 14 jul. 2022.

FREIRE, G. A. Influência de métodos de secagem sobre as propriedades físico-químicas das esferas gelatinosas de alginato de sódio e óleo de pequi. 2018. 45f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) - Universidade Estadual do Ceará, Fortaleza, 2018

FLYNN, J. H.; WALL, L. A. A quick, direct method for the determination of activation energy from thermogravimetric data. **Journal of Polymer Science Part B: Polymer Letters**, v. 4, n. 5, p. 323–328, 1966.

FRASCARELI, E. C. et al. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, n. 3, p. 413–424, jul. 2012.

GAN, C. Y.; CHENG, L. H.; EASA, A. M. Microbial transglutaminase and ribose cross-linked soy protein isolate based microcapsules containing fish oil. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 9, p. 563–569, 2008.

GARG, M. L. et al. Means of delivering recommended levels of long chain n-3 polyunsaturated fatty acids in human diets. **Journal of Food Science**, v. 75, n.1, 2006.

GIACOMELLI, V. S. **Morfologia, propriedades termicas e mecanicas de filmes de proteina isolada de soja/dodecilsulfato de sódio/policaprolactona-triol**. 2005. 59 f. Dissertação (Mestrado em Química) – Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 2005.

GINAZ, M. et al. Tocoferóis e tocotrienóis em óleos vegetais e ovos. **Química Nova**, v. 32, n. 8, p. 2098–2103, 2009.

GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing Technologies and trends. **Trends in Food Science & Technology**, v. 15, p. 330–347, 2004.

HECK, R. T. **Aplicação de óleo microencapsulado de chia e de linhaça em hambúrgueres promovendo a melhoria do perfil lipídico**. 2017. 146f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia dos Alimentos) - Universidade Federal de Santa Maria, Rio Grande do Sul, 2017.

HOWARD, R. C; JOWSEY, C. J. **Process Intern Paper**. [S.l.]: Montreal, 1989.

HECK, R.T.; LORENZO, J.M.; DOS SANTOS, B.A.; CHICHOSKI, A.J.; MENEZES, C.R.; CAMPAGNOL, P.C.B. Microencapsulation of healthier oils: an efficient strategy to improve the lipid profile of meat products. **Current Opinion in Food Science**, v. 40, n. 8, p. 6-12, 2021.

HIGUITA, Diana Maria Cano. **Microencapsulação de oleoresina de cúrcuma (curcuma longa l.) em misturas de goma arábica, maltodextrina e amido modificado**. 2013. 76 f. Dissertação (mestrado em Letras) - Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, Universidade Estadual Paulista Julio de Mesquita Filho, 2013.

HUANG, G.Q; SUN, Y.T; XIAO, J.X; YANG, J. **Coacerva- complexa de isolado de proteína de soja e quitosana**. **Química Alimentar**, v. 135, p. 534-539, 2012.

JEGÁTI, C.; TAVERDET, L. J. Stirring speed influence study on the microencapsulation process and on the drug release from microcapsules. **Polymer Bulletin**, v. 44, p. 345-351, 2000.

JIMÉNEZ-COLMENERO, F. Healthier lipid formulation approaches in meat-based functional foods. Technological options for replacement of meat fats by non-meat fats. **Trend in Food Science & Technology**, v. 18, n. 1, p. 567-578, 2007.

KINSELLA, J. PHILLIPS, L. Relações estrutura-função em proteínas alimentares, filme e comportamento de formação de espuma. In: KINSELLA J.; SOUCIE W.). **Food Proteins** Champaign, IL: Journal of the American Oil Chemists' Society, 1989. p. 52–77

KRISHNAN, SAVITHA; BHOSALE, RAJESH; SINGHAL, REKHA S. Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. **Carbohydrate Polymers**. v. 61, cap. 1, p.95-102, 2005.

LEMOS, Y. P. **Microencapsulação de óleo de buriti por coacervação complexa em matrizes de gelatina/alginato**. 2017. 165f. Dissertação (mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2017.

LAWAL, O. Funcionalidade do isolado proteico de alfarroba africana (Parkiabiglobossa): efeitos do pH, força iônica e várias concentrações de proteínas. **Food Chemistry**, v. 86, p. 345–355, 2004.

LERMEN, F.H. Avaliação da influência do pH na viscosidade do amido natural e amido modificado catiônico, aniônico, hidrofóbico em forma de pré-gel via projeto de experimentos. In: EPCC UNICESUMAR, 10., 2017. Maringá. **Anais...** Maringá: Centro Universitário de Maringá, 2017.

LOBATO, J. M; et al. Nanoencapsulação de óleos vegetais por coacervação complexa . **Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos, editora Científica Digital**. v.4, cap 25, 2021.

LEE, K.H.; Ryu, H.S.; Rhee, K.C. Protein solubility characteristics of commercial soy protein products. **J. Am. Oil Chem. Soc.**, v. 80, p. 85–90. 2003,

LOKURUKA, M. Effects of processing on soybean nutrients and potential impact on consumer health: An overview. **Afr. J. Food, Agric. Nutr. Dev.**, v. 11, 2011.

LOKSUWAN, J. Characteristics of microencapsulated b-carotene formed by spray drying with modified tapioca starch, native tapioca starch and maltodextrin. **Food Hydrocolloids**, v.21, p.928-935, 2007.

MAIA, Eduardo; DE OLIVEIRA, Kamila ; RAMÍREZ, Ninoska; FREITAS, Suely . Simulação do Processo de Microencapsulamento de Óleo de Farelo de Arroz em Spray-dryer. In: ESCOLA REGIONAL DE ALTO DESEMPENHO DO RIO DE JANEIRO (ERAD-RJ), 6. , 2020, Evento Online. **Anais [...]**. Porto Alegre: Sociedade Brasileira de Computação, 2020 .p. 16-20.

MONTEIRO, Aliny Abreu de Sousa et al. Efeito da modificação química na solubilidade e intumescimento de microesferas à base de goma do cajueiro carboximetilada e quitosana. **Polímeros**, v. 5, p. 31-39. 2015.

MORETTO, E.; FETT, R. **Tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos**. São Paulo: Livraria Varela, 1998. 150 p.

MORAIS, A.A.C.; SILVA, A.L. **Soja**: Suas aplicações. Rio De Janeiro: Editora Médica E Científica, 259. 1996.

MALHOTRA, A.; Coupland, J.N. The effect of surfactants on the solubility, zeta potential, and viscosity of soy protein isolates. **FoodHydrocoll.**, v. 18, p. 101–108. 2004,

MALIK, M. A.; SAINI, C. S. Rheological and structural properties of protein isolates extracted from dephenolized sunflower meal: Effect of high intensity ultrasound. **Food Hydrocolloids**, v. 81, p. 229-241, 2018.

MENDANHA, D. V.; ORTIZ, S. E. M.; FAVARO-TRINDADE, C. S.; MAURI, A.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; THOMAZINI, M. Microencapsulation of casein hydrolysate by complex coacervation with SPI/pectin. **Food Research International**, v. 42, p. 1099–1104, 2009.

NAZZARO, F. et al. Microencapsulation in food science and biotechnology. **CurrentOpinion in Biotechnology**, v. 23, n. 2, p. 182–186, 2012.

ORTIZ, S. E. et al. Production and properties of casein hydrolysate microencapsulated by spray drying with soybean protein isolate. **LWT-Food Science and Technology**, v. 42, n. 5, p. 919-923, 2009.

O'BRIEN, R. D. *Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications*. Technomic Publishing Company: Lancaster, 592 p. 1998.

ORTIZ, S.E.M.O.; MAURI, A.; MONTERREY-QUINTERO, E.S.; TRINDADE, M.A.; SANTANA, A.S.; FAVAROTRINDADE, C.S. Production and properties of casein microencapsulated by spray drying with soybean protein isolate. **LWT- Food Science And Technology**, v. 42, p. 919-923, 2009.

OZAWA, T. Kinetic Analysis of Derivate Curves in Thermal Analysis. **Journal of Thermal Analyses**, v. 2, p. 301–324, 1970.

PÉREZ-PALACIOS, T.; RUIZ-CARRASCAL, J.R.; JIMÉNEZ-MARTÍN, E.; SOLOMANDO, J.C.; ANTEQUERA, T. Improving the lipid profile of ready-to-cook meat products by addition of omega-3 microcapsules: effect on oxidation and sensory analysis. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 98, n. 14, p. 5302-5312, 2018.

PEREIRA, M. O; BAMPI, M; RODRIGUES F. T; SANTA, O. R. D; SANTA, H. S. D; RIGO M. Elaboração de uma bebida probiótica fermentada a partir de extrato hidrossolúvel de soja com sabor de frutas. **Ambiência - Revista do Setor de Ciências Agrárias e Ambientais**, v.5 n. 3, p. 1, 2009.

PRATA, A. S., GROSSO, C. R. F. Production of microparticles with gelatina and chitosan. **Carbohydratepolymers**, v. 116, p. 292–299, 2015.

QUINTAS, A; ASCENSO, C; ABREU, R; FAMILIA, C. **Estrutura E Função De Proteínas**. Bioquímica: Organização Molecular Da Vida. Lisboa: Lidel. P. 207-22.

ROCHA, A.G. Produção, caracterização, estabilidade e aplicação de microcápsulas de licopeno. 2009. 145f. Dissertação (mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

RUIZ RUIZ, J.C.; ORTIZ VAZQUEZ, E.L.L.; SEGURA CAMPOS, M.R. Encapsulation of vegetable oils as source of omega-3 fatty acids for enriched functional foods.

Critical Reviews in Food Science and Nutrition, v. 57, n. 7, p. 1423-1434, 2017.

SARDELLA, Larissa Angélica Cirelli Zuanon. Production, characterization and application of beet extract microencapsulated in matrices of maltodextrin and modified starch. 2016. 187f.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos) - Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto, 2016.

SANTOS, M.G.; BOZZA, F.T.; THOMAZINI, M.; FAVARO-TRINDADE, C.S.

Microencapsulation of xylitol by double emulsion followed by complex coacervation. **Food Chemistry**, v. 171, p. 32-39, 2015.

SAIDU, J. E. P. **Development, evaluation and characterization of protein-isoflavone enriched soymilk**. 2005. 232f. Tesis Faculty of the Louisiana, State University, Louisiana, 2005

SCHERR, C.; RIBEIRO, J. P. Gorduras em Laticínios, Ovos, Margarinas e Óleos:

Implicações para a Aterosclerose. **Arquivo Brasileiro de Cardiologia**, v. 95, n. 1, p. 55-60, 2010.

SILVERIO, G. B., SAKANAKA, L. S., ALVIM, I. D., SHIRAI, M. A.; GROSSO, C. R. F.

Production and characterization of alginate microparticles obtained by ionic gelation and electrostatic adsorption of concentrated soy protein. **Ciência Rural**, v. 48, 2018.

SCHMITT, C.; TURGEON, S. L. Protein/polysaccharide complexes and coacervates in food systems. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 167, p. 63-70, 2011.

SINGH, A; GEVEKE, D. J; YADAV, M. P. Improvement of rheological, thermal and functional properties of tapioca starch by using gum arabic. **LWT - Food Science and Technology**, v. 18, p. 155-162, 2016.

SILVA, Alexandre Martins da. **Filmes biodegradáveis de amido contendo compostos ativos** (graduação em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2016.

SILVA, G. O. et al. Características físico-químicas de amidos modificados de grau alimentício comercializados no Brasil. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, n. 1, p. 188-197, 2006.

SÖDERBERG, J. **Functional Properties of Legume Proteins Compared to Egg Proteins and Their Potential as Egg Replacers in Vegan Food**; Swedish University of Agricultural Sciences, Department of Food Science, Faculty of Natural Resource and Agricultural Sciences: Uppsala, Sweden, 2013. p. 378.

SUAVE, J. et al. Microencapsulação: inovação em diferentes áreas. **Revista Saúde e Ambiente**, Joinville, v. 7, n. 2, p. 12-20, dez. 2006.

TESTER, R.F.; KARKALAS, J. Amido. In: Steinbüchel. **Starch. Biopolymers**, v. 6.p. 381–438, 2002.

TANSAZ, S. et al. Soy protein isolate/bioactive glass composite membranes: Processing and properties. **European Polymer Journal**, v. 106, p. 232-241, 2018.

VERGALLO, C. Nutraceutical vegetable oil nanoformulations for prevention and management of diseases. **Nanomaterials**, v. 10, n. 6, p. 1232, 2020.

YANG, X.; GAO, N.; HU, L.; LI, J.; SUN, Y. Development and evaluation of novel microcapsules containing poppy-seed oil using complex coacervation. **Journal of Food Engineering**, v. 161, p. 87–93, 2015.

ZHANG, K.; ZHANG, H.; JU, X.; BAO, S.; HUANG, E. Synthesis and release studies of microalgal oil-containing microcapsules prepared by complex coacervation. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 89, p. 61-66, 2012.

ANEXO A – COMPROVANTE DE SUBMISSÃO DO ARTIGO

 Hidrocolóides Alimentares

AMANDA NASCIMENTO ▾ | Logout

[Casa](#)
[Menu Principal](#)
[Submeter um Manuscrito](#)
[Sobre ▾](#)
[Ajuda ▾](#)

← Incomplete Submissions

The 'Edit Submission' link allows you to fix or alter your submission. Please use Edit Submission to make changes to the meta-data and to remove and upload new files that make up your submission.

Page: 1 of 1 (1 total submissions)

Results per page 10 ▾

Action ▾	Manuscript Number ▴	Title ▴	Date Submission Began ▴	Status Date ▴	Current Status ▾
Action Links		USE OF ISOLATED SOY PROTEIN AND MODIFIED CASSAVA STARCH FOR THE FORMATION OF CANOLA OIL MICROCAPSULES BY COMPLEX COACERVATION	Dec 22, 2022	Dec 22, 2022	Incomplete

Page: 1 of 1 (1 total submissions)

Results per page 10 ▾