



JANAINA GONÇALVES FERNANDES

**PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DE
ÓLEO DE ABACATE MICROENCAPSULADO USANDO
GOMA ARÁBICA E INULINA**

**LAVRAS – MG
2020**

JANAINA GONÇALVES FERNANDES

**PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DE ÓLEO DE
ABACATE MICROENCAPSULADO USANDO GOMA ARÁBICA E INULINA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais, para obtenção do título de Mestre.

Prof. Dr. Diego Alvarenga Botrel
Orientador

Prof. Dr. Cleiton Antônio Nunes
Co-orientador

**LAVRAS – MG
2020**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Fernandes, Janaina Gonçalves.

Produção, caracterização e estabilidade de óleo de abacate
microencapsulado usando goma arábica e inulina / Janaina
Gonçalves Fernandes. - 2020.

82 p. : il.

Orientador(a): Diego Alvarenga Botrel.

Coorientador(a): Cleiton Antônio Nunes.

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de
Lavras, 2020.

Bibliografia.

1. Encapsulação. 2. Biopolímeros. 3. Abacate Hass. I. Botrel,
Diego Alvarenga. II. Nunes, Cleiton Antônio. III. Título.

JANAINA GONÇALVES FERNANDES

**PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DE ÓLEO DE
ABACATE MICROENCAPSULADO USANDO GOMA ARÁBICA E INULINA**

**PRODUCTION, CHARACTERIZATION AND STABILITY OF
MICROENCAPSULATED AVOCADO OIL USING GUM ARABIC AND
INULIN**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Biomateriais, para obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 02 de março de 2020

Dr. Diego Alvarenga Botrel UFLA

Dr^a. Cíntia Nanci Kobori UFSJ

Dr^a. Bruna de Souza Nascimento UFLA

Prof. Dr. Diego Alvarenga Botrel
Orientador

**LAVRAS – MG
2020**

*À minha mãe Mercês e meu pai Osvaldo pelo amor e carinho incondicional e por
estarem presentes em todas as etapas
À minha irmã Jaqueline pelo apoio e carinho de sempre
Dedico*

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus, que permitiu que eu chegasse até aqui, sem Ele nada seria possível.

Aos meus pais Osvaldo e Mercês por todo apoio e amor incondicional, que nunca mediram esforços para me ajudar durante essa caminhada. Vocês são meus exemplos de vida.

À minha irmã, Jaqueline pelo carinho e por estar sempre ao meu lado, me apoiando, aconselhando e principalmente me ajudando com as estatísticas (rs).

Ao meu namorado, Nélio pelo carinho, dedicação e companheirismo, sempre me incentivando e fazendo acreditar que tudo vai dar certo.

À toda minha família, avós e tios, pelo incentivo e orações.

Ao professor Diego Botrel, pela orientação, por todos ensinamentos, dedicação e paciência durante todo o período de realização desse mestrado.

Ao professor Cleiton Nunes, pelos ensinamentos e disposição em ajudar.

À professora Cíntia Koberi, por quem tenho enorme admiração pela pessoa e profissional que é. Obrigada por ter aceitado o convite para participar da banca dessa dissertação e pelo carinho de sempre.

À professora Bruna por aceitar participar dessa banca.

A Universidade Federal de Lavras, professores, funcionários e colaboradores, em especial ao programa de Engenharia de Biomateriais e ao Departamento de Ciência dos Alimentos, pelos ensinamentos e contribuições.

À Lidiany e a Franciane, do CAPQ (Central de Análise e Prospecção Química) da UFLA, pela ajuda com a análise do perfil de ácidos graxos.

À Érika Carvalho, da Universidade Federal de Itajubá, pela ajuda com a análise de tamanho de partícula.

As amigas do laboratório de Embalagens e Encapsulação, Jayne, Mariá, Laís, Yasmim, Laura e Eloá. Muito obrigada a todas pela ajuda, pelos conhecimentos compartilhados e claro, pelos cafezinhos e momentos de descontração no laboratório.

Ao meu amigo Hélio Alvarenga, pela ajuda com as análises, sempre dedicado e muito prestativo.

Aos amigos do vôlei, na Adufla, Selt e no Batalhão em Lavras, foi muito bom conhecer e compartilhar momentos de alegria e distração com vocês.

À FAPEMIG (Fundação de Amparo à Pesquisa do estado de Minas Gerais) pelo apoio financeiro.

*“Chuvas de Rosas caindo do céu
Sinal de que alguém olha por mim
Chuva de Rosas do céu elas veem
Teresa menina rezando por mim”
(Ricardo Sá)*

Santa Terezinha do Menino Jesus, Rogai por nós.

RESUMO

O óleo de abacate tem níveis significativos de gorduras insaturadas e componentes bioativos, sendo considerado um óleo funcional. Porém, assim como a maioria dos óleos, ele é bastante sensível a deterioração oxidativa. Dentro deste contexto, o objetivo desse trabalho foi microencapsular óleo de abacate usando diferentes materiais de parede, a fim de facilitar a sua incorporação em matrizes alimentícias e melhorar suas propriedades físico-químicas e sua estabilidade. O óleo de abacate em pó foi produzido a partir da secagem por atomização, usando apenas goma arábica (GA) e sua combinação com inulina (IN) em diferentes proporções (1:1 e 3:1) como materiais encapsulantes. Foram avaliadas as propriedades das emulsões, das partículas produzidas e estabilidade oxidativa do óleo. Verificou-se que uma maior proporção de IN provocou a diminuição da viscosidade e da estabilidade da emulsão. A presença de IN em menor proporção (3:1) resultou em uma melhor eficiência de encapsulação (67%). As características físicas e de reconstituição foram melhoradas com a adição de IN. O óleo microencapsulado apresentou melhor estabilidade oxidativa quando comparado ao óleo livre. O índice de peróxidos do óleo encapsulados nos diferentes tratamentos não sofreu grandes variações ao longo de 8 semanas a 40 ou 60°C. Por outro lado, o óleo livre apresentou maior nível de oxidação com o aumento da temperatura de estocagem. De modo geral, as partículas produzidas no tratamento contendo GA parcialmente substituída por IN (3:1) apresentaram propriedades de interesse e características promissoras para a indústria de alimentos. Além de facilitar o processamento, armazenamento e transporte do produto, estes materiais garantiram uma boa estabilidade oxidativa do óleo.

Palavras chave: Encapsulação. *Spray drying*. Biopolímeros. Abacate *Haas*. Estabilidade oxidativa.

ABSTRACT

Avocado oil has significant levels of unsaturated fats and bioactive components being considered a functional oil. However, like most oils, it is very sensitive to oxidative deterioration. Within this context, the aim of this work was to microencapsulate avocado oil using different wall materials, to facilitate its incorporation into food matrices and improve its physical-chemical characteristics and stability. The powdered avocado oil was produced from spray drying, using only Arabic gum (GA) and its combination with inulin (IN) in different proportions (1: 1 and 3: 1) as encapsulating materials. The characteristics of the emulsions, particles produced and the oxidative stability of the encapsulated oil were evaluated. It was found that a higher proportion of IN causes a decrease in the viscosity and stability of the emulsion. The presence of IN in the smallest proportion (3: 1) resulted in a better encapsulation efficiency (67%). The physical and reconstitution properties were improved with the addition of IN. Microencapsulated oil showed better oxidative stability when compared to free oil. The peroxide index of the encapsulated oil for the different treatments did not undergo major changes over 8 weeks at 40 or 60 ° C. On the other hand, the free oil presented a higher level of oxidation with an increase in the storage temperature. In general, the particles produced using GA partially replaced by IN (3: 1), showed interesting properties and promising characteristics for the food industry. In addition to facilitating the processing, storage and transportation of products, these materials provided good oxidative stability.

Keywords: Encapsulation. Spray drying. Biopolymers. Haas avocado. Oxidative stability.

LISTA DE FIGURAS

PRIMEIRA PARTE

Figura 1 - Mesocarpo, epicarpo, endocarpo e semente do abacate	17
Figura 2 - Esquema geral da oxidação lipídica.....	20
Figura 3 - Esquema representando as diferentes estruturas das micropartículas.	22
Figura 4 - Representação de como é formada a partícula por <i>spray dryer</i>	23
Figura 5 - Representação do funcionamento de um <i>spray dryer</i>	25
Figura 6 - Representação da estrutura química da goma arábica	27
Figura 7 - Fórmula estrutural básica da inulina.....	29
Figura 8 - Tipos de isotermas de sorção.....	32
Figura 9 - Representação da isoterma de sorção mostrando as regiões e o fenômeno de histerese.....	33

SEGUNDA PARTE - ARTIGO

Figura 1 - Microscopia ótica da emulsão com os diferentes materiais de parede	54
Figura 2 - Comportamento reológico (viscosidade) das emulsões de óleo de abacate virgem preparadas com os diferentes materiais de parede.....	56
Figura 3 - Relação da viscosidade em relação a taxa de cisalhamento das emulsões de óleo de abacate virgem produzidas com os diferentes materiais de parede.....	57
Figura 4 - Emulsões do óleo de abacate com diferentes proporções de goma arábica e inulina.....	58
Figura 5 - Distribuição do tamanho de partículas das microcápsulas de óleo de abacate virgem produzidas com diferentes proporções de Goma Arábica e Inulina	60
Figura 6 - Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das partículas de óleo de abacate virgem com diferentes proporções de Goma Arábica e Inulina. GA: goma arábica, IN: inulina.....	62
Figura 7 - Valores de higroscopicidade, expresso em ganho de umidade, em relação ao tempo em atividade de água de 75 % das micropartículas de óleo de abacate microencapsulado com diferentes materiais de parede.....	68
Figura 8 - Comportamento dos pós de óleo de abacate microencapsulado com GA e IN em atividade de água variado de 11 a 85 %	72

Figura 9 - Características físicas dos pós produzidos com os diferentes materiais de parede, em diferentes atividades de água durante a análise de isotermas de adsorção	73
Figura 10 - Índice de peróxidos dos óleos de abacate virgem microencapsulado com os diferentes materiais de parede e do óleo livre, armazenamos a 40 °C	74
Figura 11 - Índice de peróxidos dos óleos de abacate virgem microencapsulado com os diferentes materiais de parede e do óleo livre, armazenamos a 60 °C	75

LISTA DE TABELAS

PRIMEIRA PARTE

Tabela 1 - Percentuais de ácidos graxos em alguns óleos vegetais	18
--	----

SEGUNDA PARTE - ARTIGO

Tabela 1 - Modelos de ajuste para isotermas de adsorção.....	50
Tabela 2 - Perfil dos principais ácidos graxos presentes no óleo de abacate.....	52
Tabela 3 - Diâmetro médio volumétrico ($D_{(4,3)}$) e espalhamento das partículas (SPAN) com diferentes proporções de material de parede	61
Tabela 4 - Médias e desvio padrão do teor de óleo superficial e da eficiência de microencapsulação do óleo de abacate com diferentes materiais de parede.....	64
Tabela 5 - Valores médios de atividade de água, umidade e molhabilidade das micropartículas de óleo de abacate microencapsulado	65
Tabela 6 - Valores dos coeficientes ajustados do modelo de cinética de adsorção.....	67
Tabela 7 - Valores dos parâmetros estatísticos e coeficientes dos modelos de GAB, BET, Halsey, Oswin e Smith para o óleo de abacate microencapsulado com diferentes proporções de goma arábica e inulina	70

SUMÁRIO

PRIMEIRA PARTE

1	INTRODUÇÃO	15
2	REFERENCIAL TEÓRICO	16
2.1	Abacate	16
2.2	Óleo abacate.....	17
2.3	Estabilidade oxidativa de óleos.....	19
2.4	Microencapsulação	21
2.5	Secagem por atomização	24
2.6	Materiais de parede	26
2.6.1	Goma Arábica.....	26
2.6.2	Inulina.....	28
2.7	Estabilidade de produtos em pó	30
3	REFERÊNCIAS	35

SEGUNDA PARTE – ARTIGO

ARTIGO: PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DE ÓLEO DE ABACATE MICROENCAPSULADO USANDO GOMA ARÁBICA E INULINA

1	INTRODUÇÃO	42
2	MATERIAL E MÉTODOS	44
2.1	Material.....	44
2.2	Composição de ácidos graxos.....	44
2.2.1	Preparo da amostra	44
2.2.2	Análise cromatográfica.....	44
2.3	Preparo da emulsão	45
2.4	Caracterização da emulsão.....	45
2.4.1	Microscopia das emulsões	45
2.4.2	Comportamento reológico	46
2.4.3	Estabilidade da emulsão	46
2.5	Microencapsulação	47
2.6	Caracterização das micropartículas	47

2.6.1	Distribuição do tamanho de partículas	47
2.6.2	Morfologia das partículas	47
2.6.3	Teor de óleo superficial e eficiência da microencapsulação	48
2.6.4	Atividade de água (a_w) e umidade	48
2.6.5	Molhabilidade.....	48
2.6.6	Cinética de adsorção de água.....	49
2.6.7	Isotermas de adsorção.....	49
2.7	Estabilidade oxidativa.....	51
2.7.1	Índice de peróxido	51
2.8	Análises estatísticas	52
3	RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
3.1	Composição de ácidos graxos	52
3.2	Caracterização da emulsão.....	53
3.2.1	Microscopia das emulsões	53
3.2.2	Comportamento reológico	55
3.2.3	Estabilidade das emulsões	57
3.3	Caracterização das micropartículas	59
3.3.1	Distribuição do tamanho da partícula.....	59
3.3.2	Morfologia das partículas	62
3.3.3	Teor de óleo superficial e eficiência da microencapsulação	63
3.3.4	Atividade de água, umidade e molhabilidade.....	65
3.3.5	Cinética de adsorção de água.....	67
3.3.6	Isotermas de adsorção.....	69
3.4	Estabilidade oxidativa.....	73
3.4.1	Índice de peróxido	74
4	CONCLUSÃO	77
5	REFERÊNCIAS	78

PRIMEIRA PARTE

1 INTRODUÇÃO

A demanda por alimentos mais saudáveis tem crescido nos últimos anos, isso tem acontecido devido ao aumento das exigências dos consumidores, que tem se atentado aos benefícios que os alimentos podem proporcionar ao serem consumidos. O atual estilo de vida das pessoas tem desencadeado a procura por alimentos práticos ou prontos para o consumo. Porém, para as indústrias de alimentos produzirem esses alimentos com ingredientes naturais e funcionais e torná-los mais saudáveis, há um grande desafio a ser superado para atender esta nova demanda de mercado. Dentro deste contexto, os óleos naturais mono e poli-insaturados são uma alternativa promissora para as indústrias de alimentos.

O óleo de abacate virgem tem sido considerado um óleo funcional, pois ele apresenta elevado nível de ácidos graxos insaturados além de componentes bioativos como vitaminas antioxidantes e fitoesteróis (TAN, 2019). O ácido oleico (monoinsaturado) é o que predomina no óleo de abacate, se destacando quando comparado a alguns óleos vegetais. Os ácidos graxos desses óleos proporcionam diversos benefícios à saúde, em especial à doenças cardiovasculares, logo, é de grande importância não só para a indústria de alimentos, mas também para as indústrias cosméticas e farmacêuticas (WANG et al., 2019).

No entanto, o óleo de abacate é altamente susceptível a deterioração oxidativa quando exposto a luz, calor e temperatura. As alterações oxidativas do óleo de abacate acarretam em mudanças nas suas propriedades nutritivas e sensoriais, desvalorizando o produto. Além disso, a natureza lipofílica desse material dificulta a sua incorporação em matrizes alimentícias (FIORAMONTI et al., 2019). Sendo assim, a microencapsulação torna-se uma alternativa para melhorar a estabilidade oxidativa do óleo de abacate, retardar a sua degradação e ampliar a aplicação.

O processo de microencapsulação é definido como uma técnica de proteção de compostos sólidos, líquidos ou gasosos, denominados de material núcleo, dentro de um filme fino contínuo denominado material de revestimento. O material encapsulado (ativo) será liberado em taxas controladas sob condições específicas. Existem diversos métodos para realizar o processo de microencapsulação, dentre eles o *spray dryer*, também chamado de secagem por atomização ou nebulização. Esse processo é o mais utilizado pelas indústrias de alimentos devido ao baixo custo e por ser um processo contínuo (BÖGER; GEORGETTI; KUROSZAWA, 2018).

Para conseguir um bom desempenho do processo é de extrema importância a correta escolha do material de revestimento, o qual deve garantir um encapsulamento de alta eficiência e propriedades viáveis para a aplicação desejada. Dentre os materiais de revestimento temos a goma arábica, que é um material bastante solúvel em água e possui boa formação de filme, por isso é considerado um ótimo material para o processo de microencapsulação (NORKAEW et al., 2019). Devido ao seu elevado custo, a combinação com outros materiais tem sido explorada. Outro interessante material com grande potencial para processo de microencapsulação do óleo de abacate é a inulina. A inulina é termicamente estável e ajuda a melhorar a estabilidade de emulsões, o que a torna um possível material de revestimento promissor. Além disso, a inulina é considerada uma fibra natural e prebiótica, auxiliando no bom funcionamento da flora intestinal (XAVIER DOS SANTOS et al., 2019).

Sendo assim, os objetivos com esse trabalho foi microencapsular o óleo de abacate com diferentes materiais de parede, via técnica de *spray drying* para melhorar a sua estabilidade térmica e oxidativa durante o processamento, armazenamento e facilitar a incorporação do mesmo em matrizes alimentícias.

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Abacate

O abacate (*Persea americana*) é originário do México, onde foi cultivado pela primeira vez em 500 a.C. Em 1871, com as árvores de origem mexicana, o abacate foi introduzido nos Estados Unidos, na cidade de Santa Bárbara, no estado da Califórnia onde mais de 25 variedades de abacate já eram comercializadas, embaladas e transportadas em 1950. A princípio, a variedade Fuerte era predominante na produção, mas em 1970 com a expansão da indústria do abacate a cultivar *Hass* se tornou a principal variedade global (DREHER; DAVENPORT, 2013). Entre os anos de 2012 e 2017 os maiores produtores de abacate do mundo foram México, República Dominicana, Peru e Colômbia respectivamente (FAO, 2019).

Esse fruto possui textura cremosa e suave com uma cobertura espessa de coloração verde escuro. Apresenta aroma agradável e características sensoriais únicas, além de elevado valor nutricional por ser uma fruta tropical bastante energética (DUARTE et al., 2016). Do ponto de vista nutricional, uma característica que chama bastante atenção no abacate é o elevado teor de ácidos graxos presentes. O fruto é rico em ácidos graxos

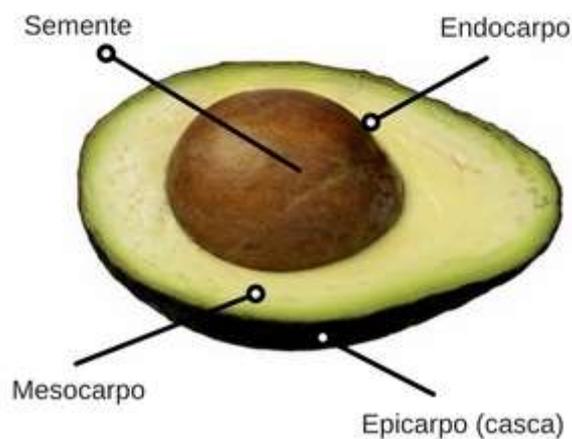
monoinsaturados e ácidos graxos poli-insaturados. Essas gorduras e as fibras dietéticas do abacate estão associadas ao funcionamento do ecossistema intestinal. Dessa forma, o consumo de abacate pode influenciar na saúde intestinal (PATURI; BUTTS; BENTLEY-HEWITT, 2017).

Além disso, o fruto é rico em vitamina E, ácido ascórbico, vitamina B6, potássio e compostos fitoquímicos (antocianinas, fitoesteróis e compostos fenólicos) (ROHMAN et al., 2016). Os compostos fitoquímicos do abacate desempenham papel importante devido à sua capacidade de aprisionar radicais livres. Esses radicais livres são responsáveis pelo estresse oxidativo das estruturas celulares. Dessa forma, os compostos fitoquímicos podem proporcionar benefícios à saúde, como a prevenção de doenças neurológicas, cancerígenas, circulatórias e cardiovasculares (CORRALES et al., 2019).

2.2 Óleo abacate

Ao contrário da maioria dos óleos vegetais, o óleo de abacate é produzido a partir da polpa cremosa da fruta e não da semente, devido ao baixo nível de óleo presente na semente (<2%) (TAN, 2019). A polpa é o principal constituinte da fruta (65%), em seguida a semente (20%) e casca (15%) (TAN et al., 2018). O mesocarpo do abacate (Figura 1) possui de 8 a 30% de óleo, podendo variar de acordo com a variedade. Apenas a azeitona e o fruto da palmeira podem ser comparados com o abacate em relação ao teor de óleo extraível (QUIÑONES-ISLAS et al., 2013).

Figura 1 - Mesocarpo, epicarpo, endocarpo e semente do abacate



Fonte: Magalhães (2018)

A principal cultivar de abacate (*Persea americana Mill.*) utilizada como matéria prima para a produção de óleo de abacate prensado a frio, é a “*Hass*”. Em comparação a outras variedades do abacate, essa cultivar apresenta rendimentos superiores e melhores características de frutificação e uma casca mais espessa, ajudando a proteger a fruta durante o transporte e armazenamento (PERMAL et al., 2020).

A princípio, o óleo de abacate era usado apenas na área de farmacêutica, como em cosméticos direcionados aos cuidados com a pele, devido a sua ótima penetração na pele. Com o passar do tempo, estudos mostraram que o óleo de abacate virgem possui altos níveis de ácidos graxos, principalmente os insaturados (TAN et al., 2018). Na Tabela 1 é apresentada uma comparação dos percentuais de ácidos oleico, palmítico e linoleico presentes em alguns óleos vegetais.

Tabela 1 - Percentuais de ácidos graxos em alguns óleos vegetais

Ácido graxo	Óleo de abacate virgem (%)	Azeite de oliva virgem (%)	Óleo de coco (%)	Óleo de canola (%)	Óleo de colza (%)	Óleo de linhaça (%)
Oleico (C18:1)	60- 67	73	31	57	60	19
Palmítico (C16:0)	12 - 17	13	45	8	5	4
Linoleico (C18:2)	10 - 15	10	7	23	23	17
Outros (saturados e insaturados)	-	4	17	12	12	60

Fonte: adaptado de Tan, (2019); Li et al. (2018); Lee et al. (1998)

Os ácidos graxos monoinsaturados e poli-insaturados estão associados benéficamente à saúde humana no controle do colesterol, câncer de próstata, diabetes e doença coronariana (BAE; LEE, 2008). Devido a estas características, o óleo de abacate tem sido promovido como um óleo funcional (TAN et al., 2018).

Foi observado que as propriedades físico-químicas do óleo de abacate se assemelham muito com as do azeite de oliva, principalmente em relação a composição de ácidos graxos, sendo que ambos possuem predominância do ácido oleico (SALGADO et al., 2008). O elevado teor de ácidos graxos monoinsaturados do óleo de abacate é próximo

ao do azeite, sendo ambos os óleos considerados um excelente componente de uma dieta saudável (KOCHHAR; HENRY, 2009).

As semelhanças entre o óleo de abacate e o azeite de oliva tem desencadeado diversos estudos comparando as características nutricionais qualitativas e quantitativas de ambos, uma vez que o azeite de oliva é bastante conhecido e consumido. Ambos os óleos ajudam na redução de triglicérides no sangue e das lipoproteínas de baixa densidade (colesterol ruim ou nocivo), além de promover o aumento das lipoproteínas de alta densidade, contribuindo assim para a prevenção do desenvolvimento de aterosclerose (QUIÑONES-ISLAS et al., 2013). A estabilidade durante o aquecimento a 180° C do óleo de abacate e do azeite de oliva também foi uma característica em comum observada nesses óleos (BERASATEGI et al., 2012).

O óleo de abacate teve efeito similar ao medicamento losartana potássica utilizado no tratamento de hipertensão em um estudo com ratos hipertensos. A ingestão desse óleo provocou a vaso dilatação renal dependente do endotélio dos ratos e diminuiu a pressão arterial (MÁRQUEZ-RAMÍREZ et al., 2018).

O óleo de abacate pode ser consumido tanto na sua forma pura adicionado em saladas por exemplo, como pode ser utilizado em formulações alimentícias. Porém, assim como a maioria dos óleos comestíveis, o óleo de abacate é quimicamente instável e suscetível a deterioração oxidativa, principalmente quando exposto a temperatura, luz, umidade e a oxigênio. Desse modo, pode-se ocorrer a perda da qualidade nutricional do óleo além do desenvolvimento de sabores estranhos no alimento (BAE; LEE, 2008).

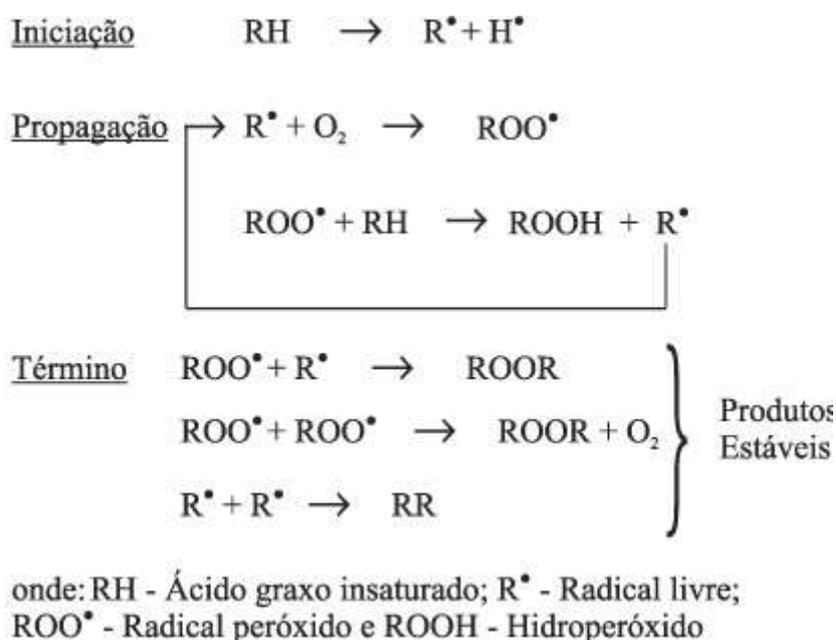
2.3 Estabilidade oxidativa de óleos

A maioria dos óleos comestíveis possuem baixa estabilidade oxidativa, uma vez que eles são altamente susceptíveis a diversas alterações químicas como a oxidação lipídica. Ela pode ocorrer tanto durante o armazenamento da matéria-prima, como também ao longo do processamento do alimento, ou ainda durante o armazenamento do produto final. Os produtos dessa oxidação podem causar a deterioração do alimento, onde poderá apresentar cor, sabor e aroma indesejáveis, perda nutricional, além de efeitos indesejáveis ao organismo humano (TOMAINO et al., 2005).

O processo de oxidação lipídica é bastante complexo e envolve uma série de reações químicas entre os ácidos graxos insaturados e o oxigênio. A ocorrência dessas reações é dividida em três estágios: iniciação, propagação e terminação (Figura 2). A etapa de iniciação acontece basicamente com a presença de um catalisador como por

exemplo presença de luz, temperatura, radiação, disponibilidade de oxigênio, entre outros. Esse catalisador irá provocar a formação do primeiro radical livre, onde o átomo de hidrogênio (H) é removido do ácido graxo insaturado. Na segunda etapa, propagação, o radical livre formado irá reagir com a molécula de oxigênio (O₂) formando os produtos primários da oxidação (peróxidos e hidroperóxidos). Esses radicais irão provocar a propagação da reação, em um processo autocatalítico. A etapa de terminação ocorre quando dois peróxidos se combinam formando moléculas mais estáveis como aldeídos, cetonas, álcoois e hidrocarbonetos. Nessa etapa ocorre a degradação irreversível de todo o material gerando características indesejáveis ao alimento (CHORILLI; LEONARDI; SALGADO, 2007).

Figura 2 - Esquema geral da oxidação lipídica



Fonte: Ramalho e Jorge (2006)

Uma oxidação secundária também pode ocorrer, onde os peróxidos originais ou aldeídos insaturados poderão sofrer uma posterior degradação dando origem a epóxidos, peróxidos cíclicos e endoperóxidos bicíclicos. Os produtos dessa oxidação secundária também irão contribuir para a deterioração do sabor do alimento (LADIKOS; LOUGOVOIS, 1990).

Devido aos produtos resultantes dessas reações, a oxidação lipídica tem sido uma das principais causas da deterioração de alimentos. Sendo assim, diversos estudos tem sido desenvolvidos em óleos vegetais, a fim de retardar essas reações e melhorar a vida de prateleira dos produtos. Uma das alternativas estudadas é a microencapsulação dos óleos, pois além de facilitar a incorporação de óleos em formulações alimentícias, busca-se minimizar o processo de oxidação. Essa técnica tem sido eficiente na melhoria da estabilidade oxidativa de diversos óleos, como o óleo de girassol (LE PRIOL et al., 2019), óleo de soja (BAI et al., 2019), óleo de semente de chia (COPADO et al., 2019), óleo de palma (FERREIRA et al., 2016), entre outros.

2.4 Microencapsulação

A microencapsulação consiste em um processo onde partículas ou gotículas de um determinado material são envolvidas e revestidas, ou são formadas pequenas cápsulas através da incorporação do material em uma matriz (GHARSALLAOUI et al., 2007). O material encapsulado pode estar na forma sólida, líquida ou gasosa e é geralmente denominado como núcleo, preenchimento, carga útil, fase interna ou ativa. Já o material encapsulante, que irá cobrir o material encapsulado pode ser denominado de material de parede, revestimento, cápsula, matriz, membrana, invólucro, transportador ou fase externa (GIBBS et al., 1999).

A tecnologia de microencapsulação abrange a incorporação de enzimas, células, ingredientes alimentícios ou outros materiais em pequenas cápsulas. Tem por objetivo proteger o composto de interesse de condições ambientais adversas como luz, oxigênio e umidade, proteger componentes sensíveis dos alimentos, preservar sabores e aromas, garantir a perda nutricional, incorporar mecanismos incomuns a liberação e transformar líquidos em ingredientes sólidos fáceis de manipular (DESAI; JIN PARK, 2005). Nesse processo, o material de revestimento oferece uma proteção funcional ao núcleo e irá permitir a liberação controlada, sob condições específicas, do composto encapsulado (VEIGA et al., 2019). Além disso preserva as propriedades físico-químicas, biológicas e funcionais do material núcleo, uma vez que irá prevenir que ocorra reações físicas e químicas indesejadas (OLIVEIRA et al., 2018).

Com a técnica de microencapsulação é possível realizar alterações nas propriedades dos materiais ativos, evitando que eles sofram alterações indesejadas, com isso, é possível oferecer inúmeros benefícios a ingredientes alimentares. Por exemplo, é possível converter um líquido em pó numa forma encapsulada, melhorando as

propriedades de manipulação e aumentando sua vida útil. Em ingredientes que são sensíveis à oxidação, ao calor ou à luz ou voláteis pode-se melhorar a estabilidade. A umidade de materiais higroscópicos pode ser protegida e ainda, é possível combinar materiais incompatíveis (JAFARI et al., 2008).

O processo de microencapsulação consiste basicamente em duas etapas: primeiro é realizada a emulsificação do material de núcleo com uma solução densa do material de parede. A segunda fase consiste em secar ou resfriar as emulsões, que varia de acordo com o método de encapsulação que será utilizado. Os materiais e métodos utilizados no processo irão dar origem as cápsulas, que podem ser de dois tipos, de acordo com sua estrutura: microcápsulas ou microesferas, como mostrado na Figura 3 (MADENE et al., 2006).

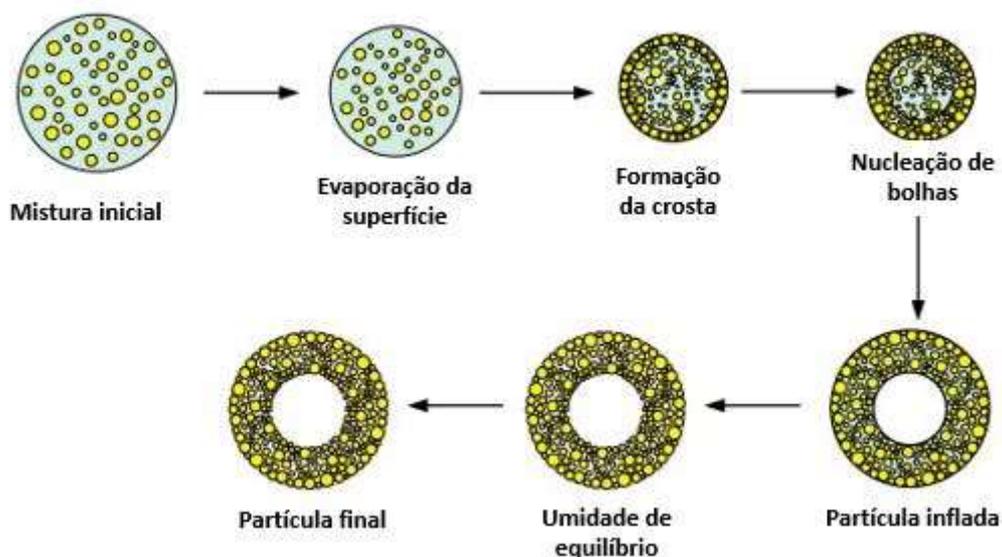
Figura 3 - Esquema representando as diferentes estruturas das micropartículas.



Fonte: adaptado de Madene et al. (2006)

As partículas encapsuladas são classificadas também em relação ao seu tamanho, podendo ser: macro ($>5000 \mu\text{m}$), micro ($0,2-5,000 \mu\text{m}$) e nanopartículas ($<0,2 \mu\text{m}$) (VEIGA et al., 2019). A Figura 4 ilustra a representação de como é formada uma partícula produzida por *spray dryer*. Onde a emulsão, formada pelo material ativo, solvente e o material de parede, entram em contato com uma corrente de ar quente e ocorre a rápida evaporação desse solvente.

Figura 4 - Representação de como é formada a partícula por *spray dryer*.



Fonte: adaptado de Ali et al., (2014)

A utilização de óleos comestíveis, como o óleo de peixe e outros óleos vegetais, é uma estratégia utilizada pelas indústrias alimentícias para aumentar o valor nutricional dos produtos. Porém, a maioria desses óleos são muito sensíveis a fatores externos como a luz, alta temperatura e irradiação. Sendo assim, a microencapsulação torna-se uma alternativa para essas situações, pois irá transformar o material líquido em pó, facilitando a incorporação desse ingrediente nas formulações alimentícias. Esse óleo em forma de pó irá sofrer menos oxidação e vai permitir a liberação controlada do composto ativo no momento desejado (JAFARI et al., 2008).

Porém, encontrar um material que atenda a todas essas características torna-se difícil e, por isso muitas vezes são utilizadas a combinação de dois ou mais materiais de revestimento ou modificadores como removedores de oxigênio, antioxidantes, agentes quelantes e surfactantes afim de se obter propriedades diferenciadas. Uma grande variedade de materiais pode ser utilizada como revestimento para esse processo, podendo ser: carboidratos, gomas, lipídios, proteínas, celuloses, entre outros. Os mais comuns para as indústrias de alimentos são os amidos, maltodextrinas, celuloses, goma arábica, alginato de sódio, ceras e gorduras, etc (DESAI; JIN PARK, 2005). A escolha do material irá depender principalmente do método de encapsulação escolhido.

Em relação aos métodos utilizados para o processo de microencapsulação, diversas técnicas têm sido empregadas nas indústrias de alimentos. Dentre as mais utilizadas podemos citar o resfriamento por atomização (*spray chilling*), eficiente na

microencapsulação de probióticos (SILVA et al., 2018); a coacervação, mostrando bom resultado para microencapsular vitamina D (JANNASARI et al., 2019); complexação por inclusão, utilizada para produzir sachês antimicrobianos com óleos essenciais (MARQUES et al., 2019); aprisionamento em lipossomas, estudada como veículo de liberação controlada de essência de maçã (SUN; DENG; ZHAO, 2019) e secagem por atomização (*spray drying*) muito utilizado na microencapsulação de óleo de peixe (BOTREL et al., 2017), óleos vegetais (BAE; LEE, 2008) e óleos essenciais (CAMPELO et al., 2017b). A técnica mais utilizada pelas indústrias de alimentos, é a secagem por atomização, por ser uma operação controlada automaticamente e possuir um rápido tempo de resposta. Ela pode ser aplicada tanto para materiais sensíveis ao calor quanto resistentes ao calor. Além disso, é um sistema simples e de baixo custo (KESHANI et al., 2015).

2.5 Secagem por atomização

A técnica de secagem por atomização, também conhecida por secagem por pulverização, ou ainda, *spray drying*, é um dos métodos de encapsulação mais antigos, utilizado desde 1930 para a preparação dos primeiros sabores encapsulados, que utilizou a goma arábica como material de parede (GHARSALLAOUI et al., 2007). Desde o final dos anos 50, já era considerada a técnica mais utilizada pelas indústrias de alimentos, pois produz partículas de boa qualidade além de ser uma técnica econômica, flexível e contínua, sendo tipicamente empregada para a produção de aditivos e flavorizantes (DESAI; JIN PARK, 2005).

Esse processo é uma operação unitária onde um produto líquido entra em contato com uma corrente de gás quente e é transformado instantaneamente em pó. O líquido de alimentação pode ser uma emulsão, uma solução ou uma suspensão. O gás comumente usado é o ar, ou em alguns casos raros utiliza-se um gás inerte como o nitrogênio (GHARSALLAOUI et al., 2007). É um processo contínuo no qual a formulação a ser atomizada entra em uma câmara com fluxo contínuo de ar quente. Ocorre uma rápida evaporação da água evitando que os compostos bioativos sejam expostos a altas temperaturas por um longo período de tempo (OSTROSCHI et al., 2018). Uma imagem do equipamento com seus componentes utilizados no processo realizado em um *spray dryer* é mostrado na Figura 5.

Figura 5 - Representação do funcionamento de um *spray dryer*.



Fonte: Do autor (2020)

A qualidade do pó resultante irá depender das variáveis determinadas durante a execução do processo. Logo, é de grande importância avaliar a escolha dessas variáveis, tais como o tipo de atomizador, a temperatura e pressão do ar de secagem, a taxa de vazão do líquido de alimentação e a viscosidade e tamanho das partículas da emulsão (TONON; BRABET; HUBINGER, 2008). Essas características, juntamente a escolha do material de parede, serão determinantes para o rendimento do processo, além das características nutricionais e sensoriais do produto final.

GIRI et al. (2017) estudaram o efeito de diferentes temperaturas (180-220°C) de entrada do ar no *spray dryer*, variando também o conteúdo de sólido (15-25 %) para a secagem de bebida de soja. A temperatura mais baixa e o maior teor de sólidos resultou em melhores propriedades de manipulação em termos de fluidez e coesão, além de partículas de pó de maior tamanho.

Foi realizado um estudo comparando a estabilidade oxidativa de óleo de peixe e óleo de chia microencapsulados, utilizando a técnica de atomização, e os mesmo sem proteção. Foi constatado a viabilidade do processo de microencapsulação para proteção dos óleos. Após o tempo de armazenamento, o valor de peróxidos das amostras microencapsuladas foram menores que o óleo sem a proteção (LEHN et al., 2018).

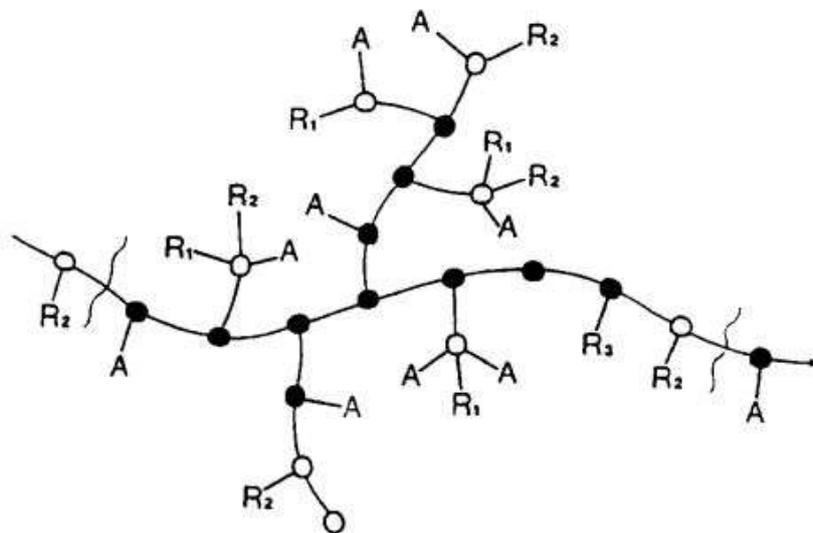
2.6 Materiais de parede

Para garantir a boa eficiência da encapsulação é fundamental a escolha do material de parede e do método ideais a serem utilizados. Desai e Park (2005) listaram uma série de características que são desejadas para a seleção do material: 1) boas propriedades reológicas em alta concentração e fácil manuseio durante o encapsulamento; 2) capacidade de dispersar ou emulsionar o material ativo e estabilizar a emulsão produzida; 3) não reatividade com o material a ser encapsulado, tanto durante o processamento quanto no armazenamento prolongado; 4) capacidade de selar e manter o material ativo dentro de sua estrutura durante o processamento ou armazenamento; 5) capacidade de liberar completamente o solvente ou outros materiais utilizados durante o processo de encapsulamento sob secagem ou outras condições de dessolventização; 6) capacidade de fornecer proteção máxima ao material ativo contra condições ambientais (por exemplo, oxigênio, calor, luz, umidade); 7) solubilidade em solventes aceitáveis na indústria alimentícia (por exemplo, água, etanol); 8) não reatividade química com os materiais do núcleo ativo e 9) barato e de grau alimentício. Neste trabalho foram usados a goma arábica e a inulina como material de parede.

2.6.1 Goma Arábica

A goma arábica também conhecida como goma da acácia é um exsudado das árvores *Acácia Senegal.*, pertencente à família Leguminosae. Ela é um biopolímero natural composto por polissacarídeos complexos (Figura 6), com unidades de D-galactose, L-arabinose, L-ramnose e ácido D-glucurônico (PATEL; GOYAL, 2015). Aproximadamente 2% p/p de componente proteico está ligado à estrutura molecular desse polissacarídeo, através de ligações covalentes. A presença dessa componente é fundamental para as propriedades funcionais da goma arábica (ESFAHANI et al., 2019).

Figura 6 - Representação da estrutura química da goma arábica



A: arabinosil, ● : β -1,3 galactose, O: β -1,6 galactose 6-ligada, R1: ramnose-ácido glucurônico, R2: galactose-1,3-arabinose, R3: arabinose-1,3-arabinose-1,3-arabinose.

Fonte: Islam et al. (1997)

Essa goma possui elevada solubilidade em água e capacidade de formação de filme, por isso é amplamente utilizada nas indústrias de alimentos. É comumente utilizada como aditivo alimentar, pois possui propriedades espessante, estabilizante e altamente emulsificante. É considerada um potenciador de *shelf-life*, pois ajuda a contornar problemas em relação a viscosidade e também protege componentes sensíveis à oxidação através da encapsulação (NORKAEW et al., 2019). É amplamente utilizada em doces, produtos de panificação, especiarias, refrigerantes, entre outros produtos alimentícios (NGUYEN; MOUNIR; ALLAF, 2019).

Além dessas propriedades, a goma arábica é um material leve, biocompatível, atóxica, inodora, insípida e biodegradável (BHAKAT; BARIK; BHATTACHARJEE, 2018). No processo de microencapsulação por secagem por atomização, a goma arábica é o material encapsulante mais utilizado, devido a sua baixa viscosidade em solução aquosa e ótima capacidade de emulsificação (SUBTIL et al., 2014). Dessa forma, ela é considerada um agente encapsulante de excelência pelas indústrias de alimentos, sendo geralmente utilizada na microencapsulação de compostos lipossolúveis (SHADDEL et al., 2018). Em contrapartida, a oferta e a disponibilidade podem sofrer grandes variações,

quando comparado com outros agentes encapsulantes, como os amidos por exemplo (REZENDE; NOGUEIRA; NARAIN, 2018). Para contornar essa problemática, a goma arábica tem sido combinada com diferentes materiais de parede em diversos estudos de microencapsulação devido as suas excelentes características tecnológicas.

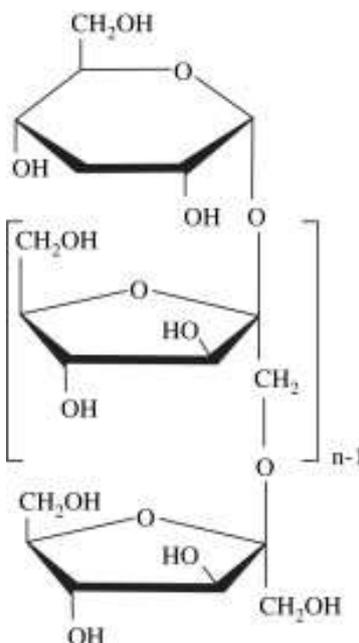
BÖGER; GEORGETTI; KUROSZAWA, (2018) microencapsularam óleo de semente uva por secagem por atomização usando goma arábica e a combinação de goma arábica com maltodextrina na proporção 1:1. As amostras das micropartículas produzidas não apresentaram diferença significativa em relação a eficiência de encapsulação. A combinação desses dois materiais proporcionou uma melhor atividade antioxidante ao material encapsulado. Dessa forma, esse estudo concluiu que a combinação da goma arábica com maltodextrina é uma alternativa viável para a microencapsulação do óleo de semente de uva, como alternativa ao elevado custo da goma arábica. A combinação desses dois materiais de parede também foi avaliada para a microencapsulação de óleo essencial de cravo da Índia. Uma proporção de 3:1 (goma arábica:maltodextrina), resultou em características desejáveis nas microcápsulas e alta eficiência de encapsulação (TEODORO et al., 2019).

Também foi relatado que tanto a maltodextrina como a inulina são uma boa alternativa como material de parede secundária, junto à goma arábica. O estudo apresentou efeito significativo para a microencapsulação de óleo de carpa prateada, por secagem por atomização (NAWAS et al., 2019). A combinação de goma arábica e maltodextrina pode também ser efetiva para melhorar a estabilidade oxidativa de óleo de esporos de *Ganoderma lucidum*, usando o processo de microencapsulação por *spray dryer* (ZHOU et al., 2019).

2.6.2 Inulina

Quimicamente, a inulina é um polissacarídeo da frutose, ou frutano, polidisperso, composta por unidades de frutose ligadas por ligações β (2-1). O comprimento das cadeias desses frutanos podem variar de 2 a 60 unidades de frutose. Ao final da cadeia encontra-se ligada uma molécula de glicose por uma ligação α (1-2) (Figura 7) (SAMANTA et al., 2013).

Figura 7 - Fórmula estrutural básica da inulina.



Fonte: Phillips e Williams (2009)

A inulina é um carboidrato de grande importância para a indústria alimentícia, uma vez que possui baixo valor calórico e pode ser considerada uma fibra dietética natural e prebiótica, auxiliando no aumento da flora intestinal benéfica (MILLER et al., 2018). Essas características são devido a presença das ligações β (2-1) em sua estrutura, pois estas ligações não permitem que a inulina seja digerida pelas enzimas intestinais humanas como seria o processo para um carboidrato típico (SAMANTA et al., 2013). Dessa maneira, a inulina não é metabolizada ao passar pela boca, estômago e intestino delgado. E a maior parte da inulina ingerida será fermentada no cólon, gerando ácidos graxos de cadeia curta e lactato (NINESS, 1999).

Usualmente, a inulina é obtida das raízes de chicória (15-20%), mas existem outras espécies de plantas que são fontes da mesma. Dentre elas, a bardana (3,5-4%), cercefi (4-11%), yacon (3-19%), murnong (8-13%), cebola (2-6%), alho (9-16%), alho-poro (3-10%), camas (12-22%), tubérculos de alcachofra de Jerusalém (16-20%), folhas de dente-de-leão (12- 15%), alcachofra (3-10%), além de algumas frutas e cereais (SAMANTA et al., 2013).

O processo de obtenção da inulina a partir das raízes de chicória acontece da seguinte forma: as raízes são selecionadas, fatiadas e lavadas, em seguida, acontece a difusão do material em água quente. Após o processo de difusão é feita a purificação e

secagem do material, dando origem a um pó. Este pó resultante contém naturalmente cerca de 6-10% de açúcares (frutose, sacarose e glucose), e o grau de polimerização resultante é de 10-12 (NINESS, 1999).

Há muito tempo a inulina já é utilizada como um ingrediente alimentar, como fonte de fibras. Ao contrário de algumas outras fibras alimentares, a inulina não possui “gosto estranho”. Quando incorporada em água ou leite, ela tem a capacidade de formar microcristais que são quase imperceptíveis na boca, contribuindo para proporcionar uma textura suave e cremosa. Devido a isso, a inulina já é utilizada em muitos países como substituto gorduras ou de açúcares em recheios, sobremesas congeladas, assados e produtos lácteos por exemplo (NINESS, 1999). Além disso a inulina é termicamente estável e tem capacidade de aumentar a estabilidade de emulsões (ABRAHÃO et al., 2019). Sendo assim, temos um material com características bastante promissoras para ser utilizado como agente encapsulante no processo de microencapsulação de alimentos.

O uso somente da inulina como agente encapsulante não tem apresentado resultados satisfatórios. Porém, a combinação dela com outros agentes encapsulantes tem demonstrado ser um potencial para a indústria de alimentos. Em estudo de microencapsulação de extrato de beterraba, a inulina foi combinada com isolado proteico de soro de leite mostrou bons resultados em relação a estabilidade ao armazenamento e a atividade antioxidante do material (CARMO et al., 2018). A combinação desses dois materiais de parede também foi eficiente para a microencapsulação de óleo essencial de limão (CAMPELO et al., 2017a). Resultados satisfatórios também foram observados para a microencapsulação de óleo de peixe, onde a presença de inulina (também combinada com isolado proteico de leite) diminuiu favoravelmente o óleo da superfície da partícula, reduziu a adsorção de água e favoreceu a formação de partículas pequenas (BOTREL et al., 2014).

2.7 Estabilidade de produtos em pó

O prazo de validade estipulado para os alimentos se refere ao tempo máximo, desde a data de fabricação, que esse alimento se encontra em ótimas condições para a venda e consumo. O valor e segurança dos alimentos é alterado quando ocorrem alterações na qualidade físico química, microbiológica e sensorial do produto durante o seu armazenamento. Portanto, é importante entender e avaliar as condições que o alimento precisa, para permanecer com qualidade aceitável para os fabricantes e consumidores (SUNG et al., 2018).

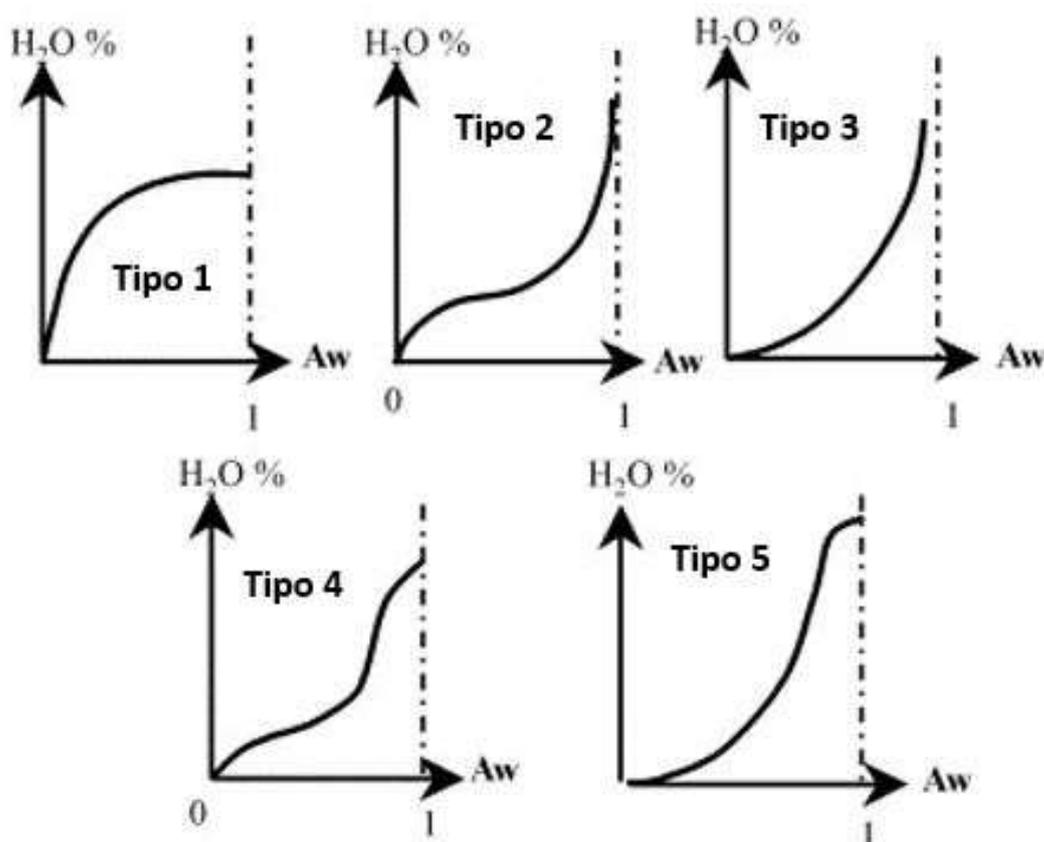
A qualidade de produtos em pó está diretamente relacionada com o controle da umidade e comportamento do produto durante o armazenamento e processamento. A atividade de água (a_w) é um parâmetro de grande importância para determinar a estabilidade, segurança e vida de prateleira desses alimentos. É definida como a razão entre a pressão de vapor da água no material e a pressão de vapor da água pura na mesma pressão e temperatura. Ela indica o estado de umidade dentro de um material sólido e a disponibilidade de água para o crescimento microbiano e para a ocorrência de reações químicas e bioquímicas. É desejável que a a_w de alimentos secos esteja abaixo de 0,3 para uma melhor conservação (GICHAU; OKOTH; MAKOKHA, 2019).

Higroscopicidade é definida como a capacidade do alimento de absorver água do ambiente em que está exposto. Logo, o estudo relacionando a atividade de água com a higroscopicidade é fundamental para descrever o comportamento de alimentos em pó. Essa relação é definida como isotermas de adsorção e é amplamente utilizada pelas indústrias de alimentos para o estudo de *shelflife*, seleção de embalagem para o alimento, cálculo do tempo de secagem, alterações da umidade de produtos para a estocagem, entre outros (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938).

As isotermas de sorção de água demonstram a capacidade do produto de reter água em relação a umidade relativa de armazenamento em temperatura constante. Essa capacidade será influenciada pela estrutura física do alimento, pela composição química e o estado físico químico dos ingredientes (LABUZA; ALTUNAKAR, 2008).

Foram descritos cinco tipos de isoterma por Brunauer et al. (1940), conforme apresentadas na Figura 8. A isoterma do tipo 1 é definida como isotérmica de Langmuir, a fim de descrever a adsorção monomolecular de gases por sólidos com um volume finito poros. A isotérmica tipo 2 é conhecida como sigmoide, desenvolvida para produtos solúveis e representa uma tendência assintótica quando a atividade de água se aproxima de 1. O tipo 3 é definido como Flory-Huggins, obtida para a adsorção de solventes ou plastificantes (ex: glicerol) acima de transição vítrea acima. O tipo 4 é obtida para a adsorção de sólidos hidrofílicos dilatáveis até que seja atingida a hidratação máxima. Já o tipo 5 é o BET (BRUNAUER; EMMETT; TELLER, 1938), descrito para a adsorção de vapor de água em carvão vegetal, adsorção multicamada, relacionada com as isotermas tipo 2 e 3. Para alimentos, as isotermas mais comuns são a 2, 3 e a 4 (MATHLOUTHI; ROGÉ, 2003).

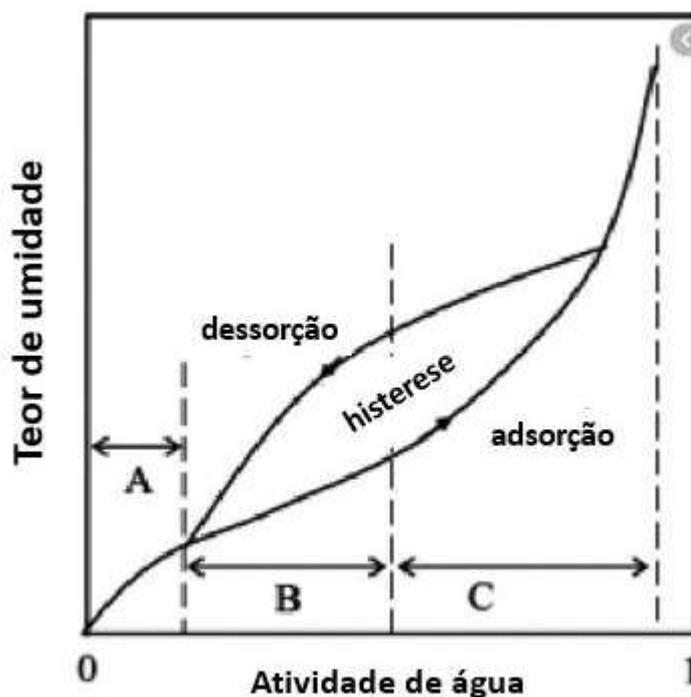
Figura 8 - Tipos de isotermas de sorção.



Fonte: Mathlouthi e Rogé (2003)

Dois processos podem ocorrer nas isotermas de sorção, a adsorção e a dessorção e a diferença entre essas curvas é definida como histerese. O processo de adsorção de água nos alimentos ocorre por meio de adsorção física, quimisorção ou condensação multicamada. Esse processo é progressivo e reversível, onde as moléculas de água se misturam com os sólidos dos alimentos. Na Figura 9 está representada uma isotérmica, que é basicamente dividida em três regiões: na região A, a água está ligada fortemente com entalpia de vaporização superior da água pura. A água ligada inclui água em monocamada e água estrutural (água ligada a H) que será absorvida pelos grupos hidrofílicos e polar dos componentes dos alimentos (proteínas, polissacarídeos, por exemplo). Na região B, as moléculas estão geralmente presentes em pequenos capilares e se ligam com menor firmeza que na região A, ainda com entalpia de vaporização um pouco superior da água pura. A região C representa as propriedades da água em semelhança com a água livre que se liga facilmente aos componentes dos alimentos (ANDRADE; ROBERTO; PÉREZ, 2011).

Figura 9 - Representação da isoterma de sorção mostrando as regiões e o fenômeno de histerese.



Fonte: adaptado de Andrade; Roberto; Pérez (2011)

As isotermas de sorção é uma ferramenta já usada há muitos anos e considerada de grande importância para fornecer informações de grande valor para as indústrias de alimentos, principalmente produtos em pó. É possível relacioná-las com etapas do processamento dos alimentos, como a secagem (cálculo do tempo de secagem, por exemplo), seleção de embalagens, modelagem para possíveis alterações na umidade de produtos durante a estocagem e armazenamento (LOMAURO; BAKSHI; LABUZA, 1985).

Para a análise das isotermas de adsorção de água, estão disponíveis diversos modelos matemáticos que representam a mudança da a_w com a umidade de equilíbrio de uma amostra a uma temperatura específica. As constantes dos modelos podem ser estimadas por meio de análises de regressão linear ou não linear. A escolha do modelo apropriado é geralmente baseada em alguns parâmetros estatísticos como coeficiente de determinação e o erro quadrático médio (RUIZ-LÓPEZ; HERMAN-LARA, 2009). Na literatura estão disponíveis alguns modelos que são mais utilizados para descrever as

isotermas de adsorção para alimentos. Eles podem ser classificados em categorias: cinético baseado em monocamada (BET), cinéticos baseados em filme condensado e multicamada (GAB), semi-empíricos (Henderson e Hasley) e modelos empíricos (Smith e Oswin) (PENG et al., 2007).

3 REFERÊNCIAS

- ABRAHÃO, F. R. et al. Microencapsulation of bioactive compounds from espresso spent coffee by spray drying. **LWT - Food Science and Technology**, v. 103, p. 116–124, 1 abr. 2019.
- ALI, M. et al. A one-dimensional plug-flow model of a counter-current spray drying tower. **Chemical Engineering Research and Design**, v. 92, n. 5, p. 826–841, mai. 2014.
- ANDRADE, R. D. P.; ROBERTO, L. M.; PÉREZ, C. E. C. Models of sorption isotherms for food: Uses and limitations | Modelos de isothermas de sorcion para alimentos: Usos y limitaciones. **Vitae**, v. 18, n. 3, p. 325–334, ago. 2011.
- BAE, E. K.; LEE, S. J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. **Journal of Microencapsulation**, v. 25, n. 8, p. 549–560, 20 dez. 2008.
- BAI, X. et al. Development and characterization of soybean oil microcapsules employing kafirin and sodium caseinate as wall materials. **LWT - Food Science and Technology**, v. 111, p. 235–241, ago. 2019.
- BERASATEGI, I. et al. Stability of avocado oil during heating: Comparative study to olive oil. **Food Chemistry**, v. 132, n. 1, p. 439–446, mai. 2012.
- BHAKAT, D.; BARIK, P.; BHATTACHARJEE, A. Electrical conductivity behavior of Gum Arabic biopolymer-Fe₃O₄nanocomposites. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 112, n. August 2017, p. 73–79, jan. 2018.
- BÖGER, B. R.; GEORGETTI, S. R.; KUROZAWA, L. E. Microencapsulation of grape seed oil by spray drying. **Food Science and Technology**, v. 38, n. 2, p. 263–270, 16 abr. 2018.
- BOTREL, D. A. et al. Optimization of Fish Oil Spray Drying Using a Protein:Inulin System. **Drying Technology**, v. 32, n. 3, p. 279–290, 16 jan. 2014.
- BOTREL, D. A. et al. Application of cashew tree gum on the production and stability of spray-dried fish oil. **Food Chemistry**, v. 221, p. 1522–1529, abr. 2017.
- BRUNAUER, S. et al. On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases. **Journal of the American Chemical Society**, v. 62, n. 7, p. 1723–1732, jul. 1940.
- BRUNAUER, S.; EMMETT, P. H.; TELLER, E. Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. **Journal of the American Chemical Society**, v. 60, n. 2, p. 309–319, fev. 1938.
- CAMPELO, P. H. et al. Use of prebiotic carbohydrate as wall material on lime essential oil microparticles. **Journal of Microencapsulation**, v. 34, n. 6, p. 535–544, 18 ago. 2017a.
- CAMPELO, P. H. et al. Hygroscopic, thermal and chemical properties of cinnamon essential oil microparticle obtained by spray drying. **Emirates Journal of Food and Agriculture**, v. 29, n. 11, p. 884–892, 24 nov. 2017b.
- CARMO, E. L. DO et al. Stability of spray-dried beetroot extract using oligosaccharides and whey proteins. **Food Chemistry**, v. 249, p. 51–59, 30 mai. 2018.

- CHORILLI, M.; LEONARDI, G. R.; SALGADO, H. R. N. Radicais livres e antioxidantes: conceitos fundamentais para aplicação em formulações farmacêuticas e cosméticas. **Rev. Bras. Farm.**, v. 88, n. 3, p. 113–118, 2007.
- COPADO, C. N. et al. Improvement of the Oxidative Stability of Spray-Dried Microencapsulated Chia Seed Oil Using Maillard Reaction Products (MRPs). **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 121, n. 7, p. 1800516, 31 mai. 2019.
- CORRALES GARCÍA, J. E. et al. Anthocyanin and Oil Contents, Fatty Acids Profiles and Antioxidant Activity of Mexican Landrace Avocado Fruits. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 74, n. 2, p. 210–215, 28 jun. 2019.
- DESAI, K. G. H.; JIN PARK, H. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. **Drying Technology**, v. 23, n. 7, p. 1361–1394, jul. 2005.
- DREHER, M. L.; DAVENPORT, A. J. Hass Avocado Composition and Potential Health Effects. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 53, n. 7, p. 738–750, jan. 2013.
- DUARTE, P. F. et al. Avocado: characteristics, health benefits and uses. **Ciência Rural**, v. 46, n. 4, p. 747–754, abr. 2016.
- ESFAHANI, R. et al. Loading of fish oil into nanocarriers prepared through gelatin-gum Arabic complexation. **Food Hydrocolloids**, v. 90, p. 291–298, mai. 2019.
- FAOSTAT. **Food and Agriculture Organization of the United Nations**. Países por mercadoria, 2018. Disponível em: <http://www.fao.org/faostat/en/#rankings/countries_by_commodity>. Acesso em: 18 jun. 2019.
- FERREIRA, C. D. et al. Physicochemical Characterization and Oxidative Stability of Microencapsulated Crude Palm Oil by Spray Drying. **Food and Bioprocess Technology**, v. 9, n. 1, p. 124–136, 1 jan. 2016.
- FIORAMONTI, S. A. et al. Spray dried flaxseed oil powdered microcapsules obtained using milk whey proteins-alginate double layer emulsions. **Food Research International**, v. 119, p. 931–940, mai. 2019.
- GHARSALLAOUI, A. et al. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9^a, p. 1107–1121, jul. 2007.
- GIBBS, B. F. et al. Encapsulation in the food industry: a review. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 50, n. 3, p. 213–224, jul. 1999.
- GICHAU, A. W.; OKOTH, J. K.; MAKOKHA, A. Moisture sorption isotherm and shelf life prediction of complementary food based on amaranth–sorghum grains. **Journal of Food Science and Technology**, 19 out. 2019.
- GIRI, S. K. et al. Quality of spray dried soy beverage powder as affected by drying and feed parameters. **Nutrition & Food Science**, v. 47, n. 4, p. NFS-04-2016-0039, jun. 2017.
- ISLAM, A. M. et al. A review of recent developments on the regulatory, structural and functional aspects of gum arabic. **Food Hydrocolloids**, v. 11, n. 4, p. 493–505, out.

1997.

JAFARI, S. M. et al. Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. **Drying Technology**, v. 26, n. 7, p. 816–835, jul. 2008.

JANNASARI, N. et al. Microencapsulation of vitamin D using gelatin and cress seed mucilage: Production, characterization and in vivo study. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 129, p. 972–979, mai. 2019.

KESHANI, S. et al. Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling. **Journal of Food Engineering**, v. 146, p. 152–162, fev. 2015.

KOCHHAR, S. P.; HENRY, C. J. K. Oxidative stability and shelf-life evaluation of selected culinary oils. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 60, n. sup7, p. 289–296, 21 jan. 2009.

LABUZA, T. P.; ALTUNAKAR, L. Water Activity Prediction and Moisture Sorption Isotherms. In: **Water Activity in Foods**, v. 100, p. 109–154, 2008.

LADIKOS, D.; LOUGOVOIS, V. Lipid oxidation in muscle foods: A review. **Food Chemistry**, v. 35, n. 4, p. 295–314, 1990.

LE PRIOL, L. et al. Comparative study of plant protein extracts as wall materials for the improvement of the oxidative stability of sunflower oil by microencapsulation. **Food Hydrocolloids**, v. 95, p. 105–115, out. 2019.

LEE, D.-S. et al. Characterization of fatty acids composition in vegetable oils by gas chromatography and chemometrics. **Analytica Chimica Acta**, v. 358, n. 2, p. 163–175, jan. 1998.

LEHN, D. N. et al. Microencapsulation of different oils rich in unsaturated fatty acids using dairy industry waste. **Journal of Cleaner Production**, v. 196, p. 665–673, set. 2018.

LI, J. et al. The mathematical prediction model for the oxidative stability of vegetable oils by the main fatty acids composition and thermogravimetric analysis. **LWT - Food Science and Technology**, v. 96, p. 51-57, mai 2018.

LOMAURO, C. J.; BAKSHI, A. S.; LABUZA, T. P. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations part I: Fruit, vegetable and meat products. **LWT - Food Science and Technology**, v. 18, n. 2, p. 111–117, 1985.

MADENE, A. et al. Flavour encapsulation and controlled release - a review. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 41, n. 1, p. 1–21, 1 jan. 2006.

MARQUES, C. S. et al. β -Cyclodextrin inclusion complexes with essential oils: Obtention, characterization, antimicrobial activity and potential application for food preservative sachets. **Food Research International**, v. 119, p. 499–509, mai. 2019.

MÁRQUEZ-RAMÍREZ, C. A. et al. Comparative effects of avocado oil and losartan on blood pressure, renal vascular function, and mitochondrial oxidative stress in hypertensive rats. **Nutrition**, v. 54, p. 60–67, out. 2018.

MATHLOUTHI, M.; ROGÉ, B. Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. **Food Chemistry**, v. 82, n. 1, p. 61–71, jul. 2003.

- MILLER, N. et al. Inulin as microencapsulating agent improves physicochemical properties of spray-dried aspalathin-rich green rooibos (*Aspalathus linearis*) extract with α -glucosidase inhibitory activity. **Journal of Functional Foods**, v. 48, p. 400–409, 1 set. 2018.
- NAWAS, T. et al. Impact of Wall Material on the Physicochemical Properties and Oxidative Stability of Microencapsulated Spray Dried Silver Carp Oil. **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v. 28, n. 1, p. 49–63, 2 jan. 2019.
- NGUYEN, D. Q.; MOUNIR, S.; ALLAF, K. Comparative study of methods for producing gum arabic powder and the impact of DIC treatment (instant controlled pressure drop) on the properties of the product. **Drying Technology**, v. 37, n. 9, p. 1068–1080, 4 jul. 2019.
- NINESS, K. R. Inulin and Oligofructose: What Are They? **The Journal of Nutrition**, v. 129, n. 7, p. 1402S–1406S, 1 jul. 1999.
- NORKAEW, O. et al. Effect of wall materials on some physicochemical properties and release characteristics of encapsulated black rice anthocyanin microcapsules. **Food Chemistry**, v. 294, p. 493–502, out. 2019.
- OLIVEIRA, É. R. et al. Study of Different Wall Matrix Biopolymers on the Properties of Spray-Dried Pequi Oil and on the Stability of Bioactive Compounds. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 3, p. 660–679, 16 mar. 2018.
- OSTROSCHI, L. C. et al. Production of spray-dried proanthocyanidin-rich cinnamon (*Cinnamomum zeylanicum*) extract as a potential functional ingredient: Improvement of stability, sensory aspects and technological properties. **Food Hydrocolloids**, v. 79, p. 343–351, jan. 2018.
- PATEL, S.; GOYAL, A. Applications of Natural Polymer Gum Arabic: A Review. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n. 5, p. 986–998, 4 mai. 2015.
- PATURI, G.; BUTTS, C. A.; BENTLEY-HEWITT, K. L. Influence of Dietary Avocado on Gut Health in Rats. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 72, n. 3, p. 321–323, 26 set. 2017.
- PENG, G. et al. Modeling of water sorption isotherm for corn starch. **Journal of Food Engineering**, v. 80, n. 2, p. 562–567, mai. 2007.
- PERMAL, R. et al. Converting industrial organic waste from the cold-pressed avocado oil production line into a potential food preservative. **Food Chemistry**, v. 306, n. February 2019, p. 125635, fev. 2020.
- PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. **Handbook of Hydrocolloids**. [s.l.] Woodhead Pub, 2^a ed, 2009, 948p.
- QUIÑONES-ISLAS, N. et al. Detection of adulterants in avocado oil by Mid-FTIR spectroscopy and multivariate analysis. **FRIN**, v. 51, p. 148–154, 2013.
- RAMALHO, V. C.; JORGE, N. Antioxidantes utilizados em óleos, gorduras e alimentos gordurosos. **Química Nova**, v. 29, n. 4, p. 755–760, jul. 2006.
- REZENDE, Y. R. R. S.; NOGUEIRA, J. P.; NARAIN, N. Microencapsulation of extracts of bioactive compounds obtained from acerola (*Malpighia emarginata* DC) pulp and residue by spray and freeze drying: Chemical, morphological and chemometric

- characterization. **Food Chemistry**, v. 254, n. January, p. 281–291, jan. 2018.
- ROHMAN, A. et al. Fourier Transform Infrared Spectroscopy Combined with Multivariate Calibrations for the Authentication of Avocado Oil. **International Journal of Food Properties**, v. 19, n. 3, p. 680–687, 3 mar. 2016.
- RUIZ-LÓPEZ, I. I.; HERMAN-LARA, E. Statistical Indices for the Selection of Food Sorption Isotherm Models. **Drying Technology**, v. 27, n. 6, p. 726–738, 4 jun. 2009.
- SALGADO, J. M. et al. O óleo de abacate (*Persea americana* Mill) como matéria-prima para a indústria alimentícia. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, p. 20–26, dez. 2008.
- SAMANTA, A. K. et al. Prebiotic inulin: Useful dietary adjuncts to manipulate the livestock gut microflora. **Brazilian Journal of Microbiology**, v. 44, n. 1, p. 1–14, 2013.
- SHADDEL, R. et al. Use of gelatin and gum Arabic for encapsulation of black raspberry anthocyanins by complex coacervation. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 107, p. 1800–1810, out. 2018.
- SILVA, M. P. et al. Application of spray chilling and electrostatic interaction to produce lipid microparticles loaded with probiotics as an alternative to improve resistance under stress conditions. **Food Hydrocolloids**, v. 83, p. 109–117, out. 2018.
- SUBTIL, S. F. et al. Effect of spray drying on the sensory and physical properties of hydrolysed casein using gum arabic as the carrier. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 9, p. 2014–2021, 12 set. 2014.
- SUN, Z.; DENG, Y.; ZHAO, Y. Preparation, Optimization, and Characterization of Natural Apple Essence-Loaded Liposomes. **Journal of Food Science**, v. 84, n. 3, p. 540–547, 1 mar. 2019.
- SUNG; I. L. et al. Shelf-life prediction of microencapsulated B-galactosidase powder prepared using enteric double-coating technology. **Journal of Food Process Engineering**, v. 41, n. 6, p. e12855, out. 2018.
- TAN, C. X. et al. Optimization of ultrasound-assisted aqueous extraction to produce virgin avocado oil with low free fatty acids. **Journal of Food Process Engineering**, v. 41, n. 2, p. e12656, 1 abr. 2018.
- TAN, C. X. Virgin avocado oil: An emerging source of functional fruit oil. **Journal of Functional Foods**, v. 54, n. October 2018, p. 381–392, mar. 2019.
- TEODORO, R. A. R. et al. Effects of ultrasonication on the characteristics of emulsions and microparticles containing Indian clove essential oil. **Drying Technology**, v. 37, n. 9, p. 1162–1172, 4 jul. 2019.
- TOMAINO, A. et al. Influence of heating on antioxidant activity and the chemical composition of some spice essential oils. **Food Chemistry**, v. 89, n. 4, p. 549–554, mar. 2005.
- TONON, R. V; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, v. 88, n. 3, p. 411–418, out. 2008.
- VEIGA, R. D. S. DA et al. Essential oils microencapsulated obtained by spray drying: a

review. **Journal of Essential Oil Research**, p. 1–17, 20 mai. 2019.

WANG, J.-S. et al. Physicochemical, functional and emulsion properties of edible protein from avocado (*Persea americana* Mill.) oil processing by-products. **Food Chemistry**, v. 288, p. 146–153, ago. 2019.

XAVIER DOS SANTOS, D. et al. Improved probiotic survival to in vitro gastrointestinal stress in a mousse containing *Lactobacillus acidophilus* La-5 microencapsulated with inulin by spray drying. **LWT - Food Science and Technology**, v. 99, n. October 2018, p. 404–410, jan. 2019.

ZHOU, D. et al. Microcapsulation of *Ganoderma Lucidum* spores oil: Evaluation of its fatty acids composition and enhancement of oxidative stability. **Industrial Crops and Products**, v. 131, p. 1–7, mai. 2019.

SEGUNDA PARTE - ARTIGO**ARTIGO: PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E ESTABILIDADE DO ÓLEO
DE ABACATE MICROENCAPSULADO USANDO GOMA ARÁBICA E
INULINA**

Janaina Gonçalves Fernandes

Artigo formatado com base na NBR 6022 (ABNT, 2003), conforme é orientado no Manual de Normatização da UFLA.

1 INTRODUÇÃO

A população está cada dia mais atenta as propriedades nutricionais dos alimentos e dando preferências para alimentos mais saudáveis. Diversas variedades de óleos vegetais estão disponíveis no mercado, entretanto os consumidores estão cada vez mais atentos às diferenças entre eles. O método de extração é um fator de extrema importância para a produção de óleos, pois quanto mais processados, maiores são as perdas dos componentes bioativos. Desse modo, o abacate tem sido um produto promissor para a produção de óleo virgem, devido ao seu elevado conteúdo lipídico de qualidade. O óleo é extraído da polpa da fruta utilizando técnicas mecânicas ou naturais e baixas temperaturas, preservando a qualidade do produto (TAN, 2019).

Os estudos sobre óleo de abacate têm crescido bastante nos últimos anos devido aos diversos benefícios que ele pode trazer para a saúde humana. Ele vem despertando não só o interesse das indústrias de alimentos, como também de indústrias de farmacêuticas, para a produção de cosméticos. O elevado conteúdo lipídico, em especial os ácidos graxos não saturados, é a principal característica que chama atenção, pois está relacionada à efeitos anti-inflamatórios e benefícios do sistema cardiovascular (FLORES et al., 2019a), além de possuir quantidades significativas de compostos bioativos como fitoesteróis e vitaminas antioxidantes (BERASATEGI et al., 2012).

Óleos de qualidade são produtos de grande interesse para fabricação de alimentos, bebidas, suplementos nutricionais e fragrâncias. O óleo de abacate e o azeite de oliva, por exemplo, são utilizados como uma opção natural de desintoxicação (ESMAEILI; GHOLAMI, 2015). Porém, a natureza hidrofóbica desses materiais pode dificultar a incorporação desses óleos em matrizes alimentícias.

Além disso, assim como a maioria dos óleos, o óleo de abacate é altamente susceptível a deterioração oxidativa, que pode ocorrer durante o armazenamento, processamento ou transporte do produto. O processo de oxidação ocorre quando o óleo é exposto a presença de catalisadores, como oxigênio, luz e temperatura. Quando a degradação começa, são formados sabores e odores indesejáveis no alimento, além de perda nutricional (SHARMA et al., 2019). Uma alternativa para retardar esse processo de oxidação, é a microencapsulação, que consiste na transformação de líquidos, como óleos, em pó, sendo muito eficiente para prolongar a vida útil de alimentos. Essa tecnologia possui diversas aplicações para a indústria de alimentos, como liberação controlada, mascarar odores e sabores indesejados, controle de reações oxidativas, estabilidade do

material encapsulado (ZUNGUR BASTIOĞLU; KOÇ; KAYMAK ERTEKIN, 2017), além de proteger materiais sensíveis a luz, temperatura, oxigênio (NAZZARO et al., 2012). O produto em pó pode oferecer diversas vantagens, como maior vida útil e facilidade de incorporação de produtos lipofílicos em matrizes alimentícias (ZHANG et al., 2019).

A técnica de encapsulação mais utilizada pelas indústrias de alimentos e farmacêuticas é a secagem por atomização devido a facilidade de produção em larga escala e baixo custo (ROMANO et al., 2018). Para garantir a eficiência do processo de encapsulação é de extrema importância a correta escolha do material de parede a ser utilizado. A goma arábica é amplamente utilizada como material encapsulante pois é bastante solúvel, possui baixa viscosidade, ótima propriedade emulsificante, boa capacidade de retenção de lipídios, além de possuir ótima propriedade de formação de filme (VAHIDMOGHADAM et al., 2019). Por outro lado, a goma arábica apresenta elevada variação de oferta e disponibilidade, por isso é necessária a busca por materiais alternativos para serem utilizados sozinhos ou em combinação com a ela (SHAHIDI NOGHABI; MOLAVEISI, 2019). A inulina é um polímero natural, considerada uma fibra dietética, podendo também ser considerada um material bastante promissor para o processo de microencapsulação, colaborando também com benefícios para a saúde (GONZÁLEZ et al., 2020). Porém, o uso da inulina sozinha como agente encapsulante não é interessante, pois ela não possui boas propriedades emulsificantes (SHAHIDI NOGHABI; MOLAVEISI, 2019).

Alguns estudos já avaliaram a microencapsulação de óleo de abacate utilizando diferentes técnicas e matrizes como: co-extrusão usando alginato e hidroxipropilmetilcelulose (SUN-WATERHOUSE et al., 2012); liofilização, usando amilose de amido de mandioca (PÉREZ-MONTERROZA; CHAUX-GUTIÉRREZ; NICOLETTI, 2018); secagem por atomização, usando maltodextrina (SOTELO-BAUTISTA et al., 2020); eletrofiação utilizando fibras ultrafinas de zeína (KRUMREICH et al., 2019); entre outros. Entretanto, ainda não foram realizados estudos sobre a microencapsulação do óleo de abacate usando a técnica de secagem por atomização utilizando a goma arábica e a inulina como materiais de parede.

Portanto, o objetivo do estudo foi utilizar a goma arábica pura e a sua combinação com inulina em diferentes proporções para o processo de microencapsulação do óleo de abacate por secagem por atomização, a fim de melhorar a incorporação desse produto em

alimentos, facilitar o transporte e armazenamento, além de melhorar a estabilidade oxidativa dos pós produzidos.

2 MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

Óleo de abacate *Hass*, obtido por extração a frio, prensagem e centrifugação e gentilmente doado pela Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais (EPAMIG) de Maria da Fé, Minas Gerais, foi utilizado como material de núcleo.

Inulina (grau de polimerização > 10, Orafti®HP, BENEIO-Orafti, Tienen, Bélgica) e Goma Arábica (ColloidesNaturels Brasil, São Paulo, Brasil) foram utilizados como materiais de parede.

2.2 Composição de ácidos graxos

2.2.1 Preparo da amostra

O processo de esterificação do óleo de abacate foi realizado adicionando 2 mL de solução NaOH 0,5 M em metanol no óleo. Essa solução foi colocada em banho maria (90 °C) por 5 minutos e resfriada em água gelada. Foi adicionado 2,5 mL de reagente esterificante (10 g de cloreto de amônio, 15 mL de H₂SO₄, 300 mL metanol) e levada ao banho maria nas mesmas condições descritas anteriormente. Após resfriada, foi adicionado 2 mL de solução de NaCl saturada à solução e foi agitada no vórtex por 10 segundos, 2,5 mL de hexano foi adicionado e agitou-se novamente. Essa solução foi então centrifugada (3000 rpm por 10 minutos) para a separação e, em seguida, o sobrenadante (hexano + óleo) foi retirado, filtrado e transferido para um frasco âmbar para a análise de cromatografia gasosa.

2.2.2 Análise cromatográfica

A composição de ácidos graxos do óleo de abacate virgem foi determinada por cromatografia em fase gasosa, com detector de ionização de chamas (GCMSQP - 2010 Plus; Shimadzu). Utilizou-se uma coluna SP 2560 (100 m x 0,25 mm x 0,20 µm) com gradiente de temperatura: temperatura inicial de 140 °C (5 min); 4 °C min⁻¹ até 240 °C (30 min); injetor (split: 1/20) e detector a 260 °C. O volume injetado foi de 1 µL. A

identificação dos picos foi feita por comparação com padrões de ácidos graxos metilados SUPELCO37 (padrão FAME adaptado).

2.3 Preparo da emulsão

Os materiais de parede, inulina e goma arábica foram colocados em água destilada e deixados à temperatura ambiente por 12 horas para serem hidratados. A emulsão foi previamente preparada com o auxílio de um homogeneizador Ultra-turax (Ultra-Turrax IKA T18 basic, Wilmington, EUA) em uma velocidade de 2500 rpm, durante 10 min adicionando o óleo de abacate lentamente. Uma homogeneização secundária foi realizada, para melhorar a estabilidade da emulsão, em ultrassom (Ultrason Digital Sonifier, Model 450, Branson Ultrasonic Corporation), de acordo com o estudo realizado por Fernandes et al., (2016). Esse processo foi realizado durante 2 minutos com potência nominal de 160 W a 20 kHz. A proporção de material de parede, em relação a massa total da emulsão, foi de 25 %. A proporção de óleo de abacate utilizada foi 25 %, em relação a massa do material de parede. Diferentes proporções de material de parede foram utilizadas: goma arábica pura e misturas de goma arábica/inulina nas proporções 3:1 e 1:1.

2.4 Caracterização da emulsão

2.4.1 Microscopia das emulsões

Microscopia ótica foi realizada logo após o processo de homogeneização para avaliação da microestrutura das emulsões. Alíquotas das amostras foram colocadas em lâminas cobertas com lamínulas e observadas em um microscópio ótico Carl Zeiss (MF-AKS 24 x 36 Expomet, Zeiss, Alemanha), com sistema de captura acoplado com câmera digital – AxioCamICc com aumento de 100 vezes. As imagens da microscopia foram analisadas segundo metodologia adaptada de Frascareli et al. (2012). Foram medidas 500 gotículas de cada amostra utilizando o software *Image J*[®] e o tamanho das partículas foi caracterizado como diâmetro de Sauter $D_{(3,2)}$ e índice de polidispersividade (SPAN) de acordo com a Equação 1 e Equação 2, respectivamente.

$$D_{(3,2)} = \frac{\sum n_i d_i^3}{\sum n_i d_i^2} \quad (1)$$

$$\text{SPAN} = \frac{d_{(0,9)} - d_{(0,1)}}{d_{(0,5)}} \quad (2)$$

Onde d_i é o diâmetro da gota, n_i é o número de gotas entre dois diâmetros consecutivos e $d_{(0,9)}$, $d_{(0,5)}$ e $d_{(0,1)}$ representa os diâmetros de volume equivalentes em volumes cumulativos de 90, 50 e 10 %, respectivamente.

2.4.2 Comportamento reológico

O comportamento reológico das emulsões foi avaliado utilizando um viscosímetro de cilindro concêntrico (Brookfield DVIII Ultra, Brookfield Engineering Laboratories, Stoughton, MA, EUA), constituído por uma câmara cilíndrica 13R/RP (19,05 mm de diâmetro e profundidade de 64,77 mm), e uma sonda SC4-18 (17,48 mm de diâmetro e 35,53 mm de comprimento). Para realizar a análise foi utilizado um copo de amostragem cheio (9 mL) e a sonda a uma temperatura de 25 °C. A viscosidade aparente das emulsões foi calculada como a relação entre a tensão (σ) e a taxa de deformação (γ). O *software* Rheocalc (version V3.1; Brookfield Engineering Laboratories, MA-EUA) foi utilizado para obter essas variáveis.

2.4.3 Estabilidade da emulsão

Para avaliar a estabilidade das emulsões, logo após o preparo, foram retiradas alíquotas de 10 mL de cada amostra e transferidas para provetas graduadas idênticas de 25 mL. Em seguida, as provetas foram seladas e armazenadas à 25 °C. O volume da fase aquosa foi medido logo após o preparo e após 1 hora, 6 horas, 16 horas e por fim, após 24 horas. A estabilidade da emulsão foi medida de acordo com a altura da fase superior após as 24 horas. O índice de cremação (IC) foi calculado de acordo com a Equação 3: (CAMPELO et al., 2017b)

$$\text{IC (\%)} = \left(\frac{H}{H_0} \right) \times 100 \quad (3)$$

Onde, H_0 : altura inicial da fase inferior, H : a altura da fase superior após 24 horas.

2.5 Microencapsulação

As emulsões produzidas foram utilizadas como líquido de alimentação para a secagem por atomização. A secagem foi realizada usando um *spray-dryer* (modelo MSD 1.0; Labmaq do Brasil, Ribeirão Preto, Brasil) equipado com um bico de duplo fluido. As condições operacionais utilizadas foram: temperatura de entrada de 170 °C e taxa de alimentação de 0,7 L/h. Os pós secos foram recolhidos e armazenados em embalagens opacas a 4 °C.

2.6 Caracterização das micropartículas

2.6.1 Distribuição do tamanho de partículas

A distribuição do tamanho de partículas foi medida usando-se um instrumento de espalhamento de luz laser (Mastersizer 2000, modelo Hydro 2000 UM, Malvern Instruments, Worcestershire, UK). Uma pequena amostra de pó foi suspensa em álcool isopropílico (índice de refração 1,39) sob agitação e a distribuição do tamanho de partículas foi monitorada durante cada medida até que as leituras sucessivas tornassem constantes, obtendo-se os valores do diâmetro médio de volume, $D_{(4,3)}$ (Equação 4) e do espalhamento das partículas (SPAN) (Equação 2).

$$D_{(4,3)} = \frac{\sum n_i d_i^4}{\sum n_i d_i^3} \quad (4)$$

Onde n_i é o número de partículas entre dois diâmetros consecutivos e d_i é o diâmetro da partícula.

2.6.2 Morfologia das partículas

A morfologia das partículas foi avaliada com o auxílio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). O preparo da amostra foi realizado imobilizando as partículas do pó em uma fita de carbono dupla-face e montadas sobre *stubs* do microscópio com altura de 1 cm e diâmetro de 1 cm. As amostras foram cobertas com ouro em câmara a vácuo e examinadas com o microscópio eletrônico de varredura (MEV 1430 VP – LEO Electron Microscopy Ltd., Cambridge, UK).

2.6.3 Teor de óleo superficial e eficiência da microencapsulação

A quantidade de óleo superficial, ou óleo não encapsulado foi medido utilizando uma solução de n-hexano como extrator. Aproximadamente 2,0 g do pó seco por atomização foi adicionado a 20 mL de n-hexano e submetido a agitação no vortex por 10 minutos a temperatura ambiente. Em seguida a amostra foi centrifugada a 3000 rpm por 10 minutos. Após a centrifugação o sobrenadante foi retirado e transferido para uma placa de petri. Esse procedimento de lavagem foi realizado três vezes e somados na placa de petri. Após as lavagens o solvente orgânico foi colocado para evaporar em temperatura ambiente. A quantidade de óleo superficial foi calculada a partir da diferença de peso da placa vazia limpa e o peso da placa após a completa evaporação solvente. O óleo superficial foi utilizado como critério para a determinação da eficiência da microencapsulação e foi calculado a partir da Equação 5. Considerou-se que todo o óleo adicionado na emulsão inicial ficou retido no pó uma vez que o óleo utilizado não é volátil (JAFARI et al., 2008b).

$$EE (\%) = \left(\frac{T_0 - S_0}{T_0} \right) \times 100 \quad (5)$$

Onde, T_0 é a quantidade de óleo total e S_0 é a quantidade de óleo não encapsulado presente na superfície das partículas.

2.6.4 Atividade de água (a_w) e umidade

A atividade de água (a_w) das micropartículas foi determinada utilizando o equipamento AquaLabWater (Série 3TE, Decagon, Pullman, EUA) a 25 °C.

O teor de umidade das micropartículas foi determinado gravimetricamente por um analisador de umidade infravermelho halógeno IV3100 a 105 °C em modo *auto-dry*.

2.6.5 Molhabilidade

A molhabilidade foi determinada de acordo com o método descrito por Fuchs et al. (2006) com algumas modificações. As amostras (0,1 g) foram espalhadas na superfície de um béquer com 100 mL de água destilada, sem agitação, a uma temperatura de 20 °C. O tempo necessário para que a última partícula de pó molhasse foi cronometrado para comparação do tempo de molhabilidade entre as amostras.

2.6.6 Cinética de adsorção de água

Aproximadamente 0,2 g do óleo de abacate microencapsulado foram colocados em dessecador de vidro contendo solução saturada de NaCl (umidade relativa de 75 %) a 25 °C, seguindo a metodologia de Cai e Corke (2000) com algumas modificações. Foram realizadas pesagens de cada amostra de hora em hora inicialmente, aumentando o intervalo de tempo aos poucos até um tempo final de 120 horas. A higroscopicidade foi analisada em relação ao tempo, de acordo com quantidade (em gramas) de umidade adsorvida por 100 g de sólidos (g de água/100 g de sólido). A fim de conhecer o mecanismo de difusão de água nas micropartículas, os dados de higroscopicidade foram ajustados ao modelo proposto por Lagergren (1898) do modelo cinético de pseudo-primeira ordem, desenvolvido para adsorção em sistemas líquido-sólido (Equação 6):

$$q_t = q_e [1 - \exp(-k_1 \times t)] \times 100 \quad (6)$$

Onde q_e e q_t são a quantidade de água adsorvida (mg.g^{-1}) no equilíbrio e no tempo (min), respectivamente; k_1 , constante de velocidade do modelo e t é o tempo de contato.

2.6.7 Isotermas de adsorção

As isotermas de adsorção foram determinadas pelo método gravimétrico estático utilizando diferentes soluções salinas saturadas a 25 °C. Foram preparadas seis soluções salinas saturadas (LiCl, MgCl₂, K₂CO₃, Mg(NO₃)₂, NaCl e KCl) com atividades de água variando de 0,1 a 0,85. Uma incubadora tipo B.O.D. foi utilizada para controlar a temperatura. Foram utilizados os seguintes modelos matemáticos: GAB, BET, Halsey, Oswin e Smith (Tabela 1), para correlacionar os dados da isoterma de sorção de umidade com a atividade de água.

Tabela 1 - Modelos de ajuste para isotermas de adsorção

Modelo	Equação
GAB	$X_{eq} = \frac{X_m C k a_w}{(1 - k a_w)(1 - k a_w + C k a_w)}$
BET	$X_{eq} = \frac{(X_m C a_w) \cdot (1 - (n + 1) a_w^n + n a_w^{n+1})}{(1 - a_w) \cdot (1 + (C - 1) \cdot a_w - C \cdot n a_w^{n+1})}$
Halsey	$X_{eq} = \left(\frac{a}{\ln a_w} \right)^{\frac{1}{b}}$
Oswin	$X_{eq} = \left[\frac{a_w}{(1 - a_w)} \right]^b$
Smith	$X_{eq} = a + b \log[(1 - a_w)]$

Onde: X_{eq} : teor de umidade no equilíbrio (g.g-1 de material seco); X_m : teor de umidade da monocamada (g.g-1 de material seco); C, K: constantes do modelo relacionadas à monocamada e às propriedades da monocamada; a_w : atividade de água; a, b: parâmetros do modelo.

Após estimar os parâmetros das equações foi utilizada a regressão não linear pelo método Quase-Newton a nível de 5 % significância para correlacionar os modelos matemáticos aos dados experimentais. O modelo mais adequado foi o que apresentou maior coeficiente de determinação (R^2) e menor valor de desvio médio relativo (E %), que foi calculado pela Equação 7:

$$E = \frac{100}{N} \sum_{i=1}^N \frac{|m_i - m_p|}{m_i} \quad (7)$$

Onde, m_i é o valor experimental, m_p é o valor previsto e N é o tamanho da amostra.

2.7 Estabilidade oxidativa

Para os testes de estabilidade oxidativa, aproximadamente 0,5 g do pó e uma amostra de óleo livre foram colocadas em um recipiente aberto (2 x 3,5 cm) e armazenado a 40 °C e 60 °C em umidade relativa de 75 % para avaliação acelerado do processo de oxidação. O andamento da oxidação foi avaliado pelo índice de peróxido. As análises foram realizadas no tempo zero e por mais oito semanas de armazenamento.

2.7.1 Índice de peróxido

O índice de peróxidos foi determinado por espectrofotometria no visível de acordo com o padrão 74A: 1991 da IDF (2005), com algumas modificações. Foi pesada uma amostra de 0,5 g do pó em um tubo de ensaio e adicionada 5 mL de água destilada, em seguida o tubo foi agitado em um agitador mecânico vortex até dissolver completamente o pó. Uma alíquota de 300 µL dessa solução foi retirada, adicionou-se 1,5 mL de hexano e foi submetida ao vortex três vezes por 10 segundos cada. Essa solução foi centrifugada por 4 minutos a 3000 rpm (HUANG et al., 2014). Uma porção de 200 µL do sobrenadante foi retirada, transferida para um tubo de ensaio, adicionado 9,6 mL de clorofórmio/metanol (7:3) e agitada por 3 segundos. Adicionou-se 50 µL de solução de tiocianato de amônio, 50 µL de solução de cloreto ferroso e a solução foi homogeneizada. A mistura foi deixada em repouso por 5 minutos e logo depois realizada a leitura da absorbância em 500 nm em um espectrofotômetro SP 2000 UV (BEL photonics, Piracicaba – SP, Brasil). Para a análise de óleo livre, foi utilizada a mesma massa de óleo das micropartículas.

As concentrações de hidroperóxidos foram determinadas usando uma curva padrão construída usando diluições de 1 a 35 µg de Fe⁺³ e o coeficiente de relação (R²) obtido foi de 0,98. O índice de peróxidos em miliequivalente de peróxidos por Kilograma de óleo foi calculado de acordo com a Equação 8 (SHANTHA; DECKER, 1994).

$$IP = \frac{(A_a - A_b) \times a}{55,84 \times m \times 2} \quad (8)$$

Onde, A_a é a absorbância da amostra; A_b é a absorbância do branco; a é o coeficiente angular da curva padrão e m é a massa de óleo

2.8 Análises estatísticas

Foram realizadas Análise de Variância (ANOVA) dos resultados obtidos das diferentes proporções de materiais de parede usados. Todas as análises foram realizadas em triplicata, exceto o perfil de ácidos graxos. Para a realização das análises foi utilizado o Software R versão 3.6.2. Para realizar as diferenças de médias, o teste de Tukey foi utilizado com $p < 0,05$.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Composição de ácidos graxos

O perfil de ácidos graxos presentes no óleo de abacate *Hass* puro (não encapsulado), usado nesse trabalho foi investigado a fim de determinar os principais ácidos graxos presentes nele. O perfil dos principais ácidos graxos presentes nesse óleo de abacate está demonstrado na Tabela 2:

Tabela 2 - Perfil dos principais ácidos graxos presentes no óleo de abacate.

Ácido graxo	%
C 18:1	44,35
C 16:0	25,93
C 18:2	14,70
C 16:1	13,03
C 18:3	0,72
C 18:0	0,57
C 4:0	0,21
C 6:0	0,19
C 20:1	0,17
C 14:0	0,05
C 17:1	0,02

Fonte: Do autor (2020)

Dentre os ácidos graxos identificados no óleo de abacate, 72,98% deles são insaturados e 26,95 % são saturados. Como esperado, o C18:1 (ácido oleico) foi o mais abundante, seguido do C16:0 (ácido palmítico) e C18:2 (ácido linoleico) respectivamente.

Flores et al., (2019) avaliaram a composição de ácidos graxos presentes em diversas variedades de óleo de abacate virgem produzidos em países diferentes. Os resultados reportados em relação ao óleo de abacate da variedade *Hass* produzido no Brasil foram bastante próximos aos obtidos em nosso trabalho. O principal ácido graxo encontrado no trabalho também foi o ácido oleico (45,18 %), seguido do palmítico com 21,05 % e linoleico com 12,3 %.

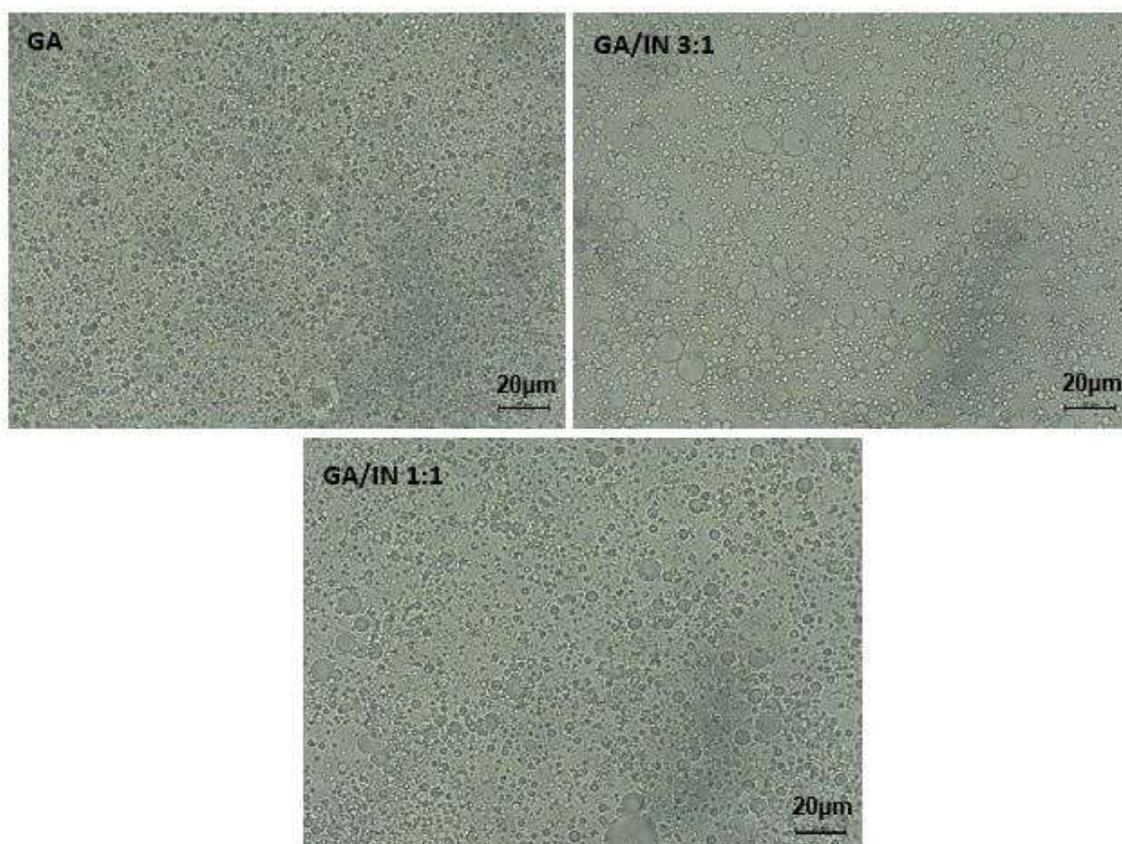
O ácido oleico é o ácido graxo monoinsaturado (MUFA) mais comum da nutrição diária, além disso ele representa cerca de 90 % de todo MUFA fornecido na dieta (SCHWINGSHACKL; HOFFMANN, 2014). O azeite de oliva está entre os óleos mais ricos em ácido oleico, com cerca de 73 %, possuindo quantidades significativas também de ácido palmítico 12 % e ácido linoleico 10 % (LEE et al., 1998).

3.2 Caracterização da emulsão

3.2.1 Microscopia das emulsões

O tamanho das gotículas da emulsão é um parâmetro de grande importância a ser avaliado para a secagem por atomização. A eficiência de encapsulação pode ter um efeito crítico relacionado com o tamanho das gotículas. Quanto menor o tamanho da gotícula da emulsão, menor a tendência de formação de óleo superficial nas partículas secas. A quantidade de óleo superficial, ou seja, não encapsulado deixa o óleo propício para a oxidação (ENCINA et al., 2016). Na Figura 1 está apresentada as microscopias óticas das gotículas.

Figura 1 - Microscopia ótica da emulsão com os diferentes materiais de parede



Fonte: Do autor (2020)

As gotículas apresentaram $D_{(3,2)}$ (diâmetro de Sauter) de 0,88, 1,36 e 2,20 μm e SPAN 6,57, 2,29 e 6,91, para os tratamentos GA, GA:IN (3:1) e GA:IN (1:1), respectivamente. Foi possível observar que a adição de IN influenciou tanto no diâmetro quanto na polidispersividade das partículas, ela provocou o aumento do $D_{(3,2)}$ e a diminuição do SPAN. O tamanho das gotículas influenciou diretamente na estabilidade da emulsão, de modo que a emulsão mais estável foi a que teve a menor polidispersividade, ou seja, a menor variabilidade de diâmetro médio das gotículas.

Embora o tamanho das gotículas esteja associado ao método de homogeneização utilizado, como a homogeneização ultrassônica, utilizada para obter gotículas uniformes e pequenas (FERNANDES et al., 2016), estudos confirmaram que a redução do tamanho das gotículas da emulsão depende também das propriedades físico-químicas dos materiais utilizados (SILVA et al., 2015), como propriedade emulsificante. Nesse caso, como a IN não possui propriedades de emulsificação, ela contribuiu para o aumento do diâmetro das partículas, podendo ser devido a coalescências das gotas.

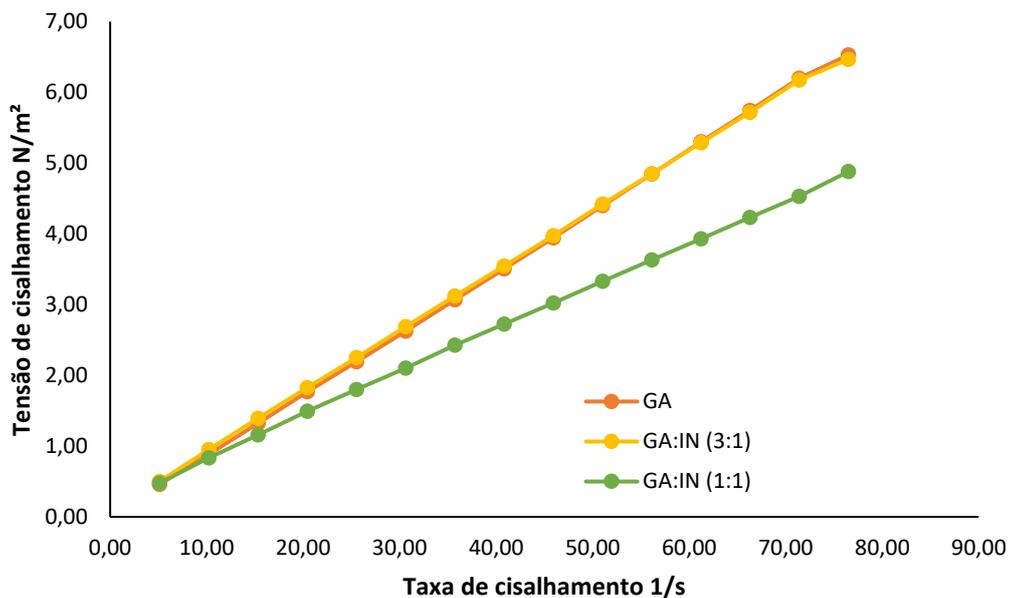
Nawas et al. (2019) concluíram em seu estudo que o tamanho das gotículas está relacionado com a viscosidade, quando a viscosidade é maior as gotículas também serão maiores. Entretanto, em nosso estudo observamos que o maior diâmetro médio encontrado foi o da amostra de menor viscosidade GA:IN (1:1).

3.2.2 Comportamento reológico

A viscosidade da emulsão é um parâmetro bastante crítico para a técnica de microencapsulação. Emulsões com viscosidade muito baixa podem diminuir a eficiência de encapsulação, pois provoca uma tendência das gotículas de óleos se direcionarem para a superfície das partículas secas. Enquanto que elevada viscosidade pode causar a formação de gotículas grandes que não secam adequadamente, além bloquear o atomizador do *spray dryer* (LAINE et al., 2011). Logo, a viscosidade da emulsão irá influenciar na eficiência de encapsulação, na estabilidade da emulsão e no tamanho das partículas produzidas.

Os valores de viscosidade das emulsões está representa na Figura 2. Os tratamentos usando GA e GA:IN (3:1) apresentaram valores de viscosidades muito próximos, porém quando a proporção de inulina foi aumentada (1:1), a viscosidade da emulsão diminuiu. A GA é normalmente utilizada como espessante na indústria de alimentos, logo, já se esperava que aumentasse a viscosidade das emulsões quando em maior quantidade.

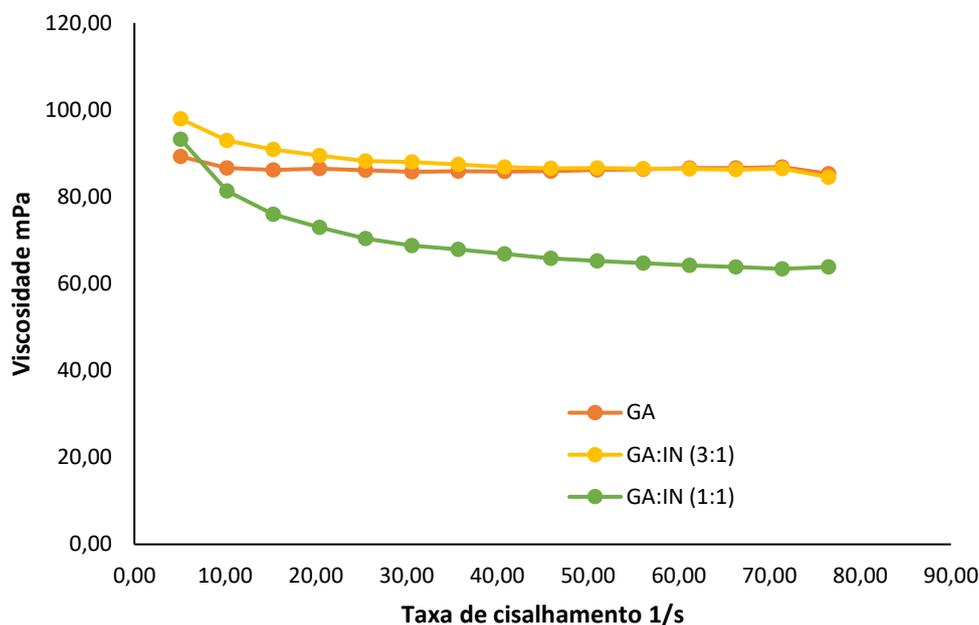
Figura 2 - Comportamento reológico (viscosidade) das emulsões de óleo de abacate virgem preparadas com os diferentes materiais de parede



Fonte: Do autor (2020)

Os tratamentos GA e GA:IN (3:1) se comportaram como fluido newtoniano, uma vez que a viscosidade se manteve praticamente constante durante o aumento da taxa de cisalhamento, como pode-se observar na Figura 3. Estudos sobre microencapsulação de óleo essencial de laranja doce, também concluíram que o uso de GA pura aumentou a viscosidade da emulsão quando comparado com misturas de GA e maltodextrina, entretanto, ambas apresentaram comportamento de fluido newtoniano (DE SOUZA et al., 2018).

Figura 3 - Relação da viscosidade em relação a taxa de cisalhamento das emulsões de óleo de abacate virgem produzidas com os diferentes materiais de parede



Fonte: Do autor (2020)

Já no tratamento GA:IN (1:1), a viscosidade foi diminuindo com a taxa de cisalhamento, comportamento característico de fluido pseudoplástico. Comportamento semelhante foi relatado em estudo de microencapsulação de α -tocoferol e azeite de oliva, usando diferentes combinações de materiais de parede (goma arábica, maltodextrina e inulina). Foi observado que o aumento da proporção de inulina diminuiu a viscosidade das emulsões, além de apresentar comportamento pseudoplástico também (TURCHIULI et al., 2014). Essa diminuição da viscosidade pode ser relacionado as propriedades da IN, que é uma fibra solúvel, um frutooligossacarídeo de cadeia curta com grau de polimerização 10 e possui viscosidade semelhante a da água (WANG et al., 2020).

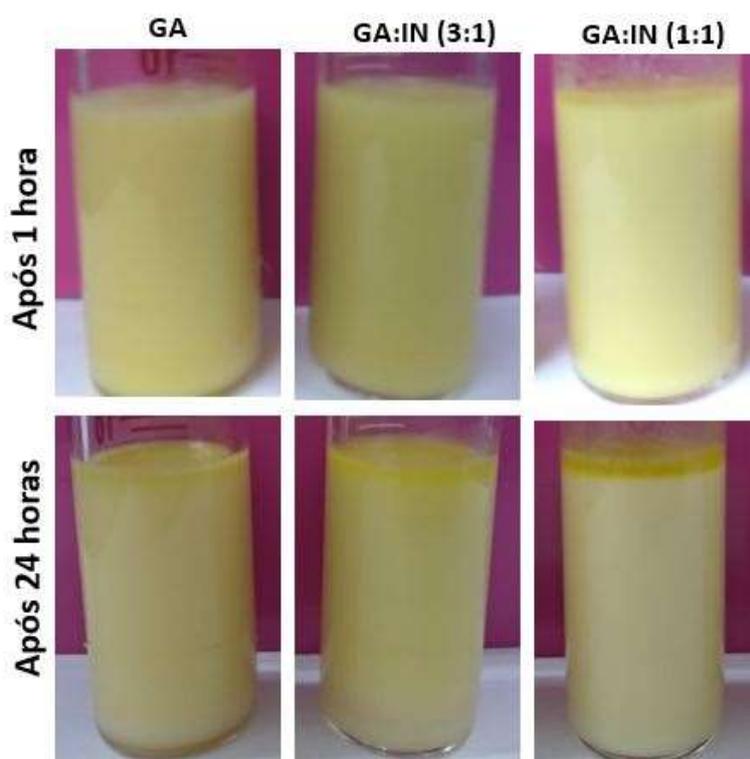
3.2.3 Estabilidade das emulsões

A estabilidade das emulsões, do ponto de vista tecnológico, é a característica física mais importante para o processo de microencapsulação. Ela pode ser definida como a capacidade da emulsão resistir a alterações durante um período de tempo. A emulsão pode se tornar instável devido a processos físicos e químicos que podem acarretar na cremação ou até mesmo na separação de fases (CAMPELO et al., 2017b).

Não é desejável que ocorra separação de fases durante o tempo do processo de secagem por atomização, que ocorre em aproximadamente 50 minutos. Desse modo, foi

avaliada a estabilidade da emulsão durante a primeira hora após o seu preparo. A fim de comparar a estabilidade dos diferentes tratamentos, a emulsão também foi avaliada após 24 horas (Figura 4).

Figura 4 - Emulsões do óleo de abacate com diferentes proporções de goma arábica e inulina



Fonte: Do autor (2020)

Após a primeira hora foi possível observar que apenas o tratamento com maior proporção de IN (1:1) iniciou uma separação de fases, essa separação pode acarretar na diminuição da eficiência de encapsulação. Os outros dois tratamentos se mantiveram estáveis nesse intervalo.

Depois das 24 horas, pôde-se observar que houve coalescência das gotículas de óleo em todos os tratamentos, entretanto quanto menor a proporção de IN mais estável a emulsão ficou. Nawas et al. (2019) avaliaram a estabilidade de emulsões de óleo de carpa prata com algumas combinações de materiais de parede, dentre elas GA com IN na proporção 2:1, e todas as emulsões ficaram cineticamente estáveis.

Embora IN não possua boas propriedades de emulsificação, a combinação dela com materiais como a GA, que possui boas propriedades emulsificantes, é uma alternativa

para contornar o problema de estabilidade da emulsão. A combinação desses dois materiais, associados a um processo de homogeneização de alta intensidade proporcionará uma boa estabilidade a emulsão, como aconteceu com o tratamento de GA:IN (3:1).

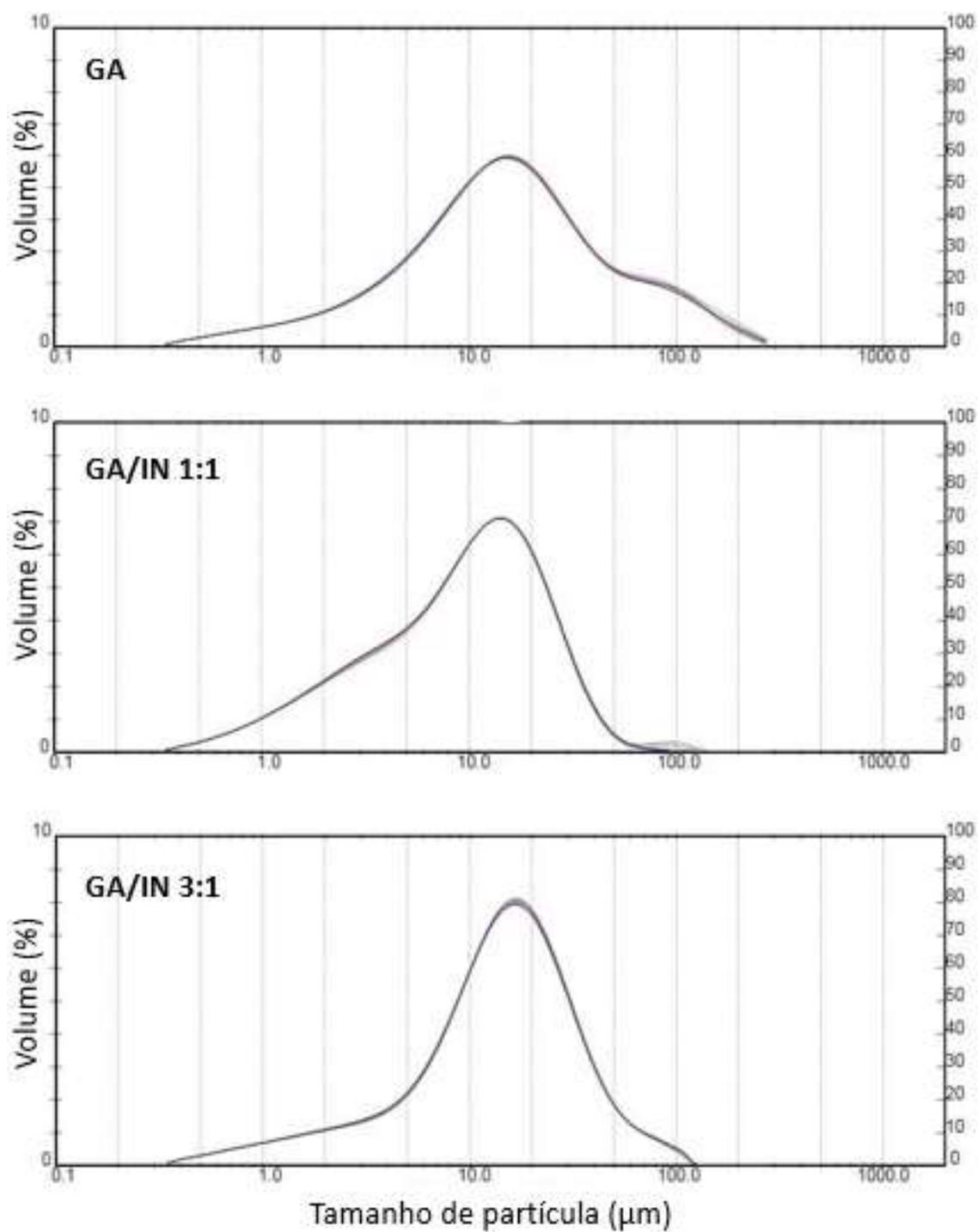
Outra alternativa para melhorar a estabilidade dessas emulsões seria adicionar emulsificantes como Tween 80 ou lecitina de soja. Arancibia et al. (2017) avaliaram a estabilidade de emulsões com óleo de abacate e destacaram a eficiência desses emulsificantes, principalmente o Tween 80, na melhoria da estabilidade. Além disso, eles também relataram a relação da estabilidade com o tamanho de partícula das emulsões.

3.3 Caracterização das micropartículas

3.3.1 Distribuição do tamanho da partícula

A Figura 5 ilustra as curvas de distribuição do tamanho das partículas produzidas de cada tratamento. Todos os tratamentos apresentaram o comportamento de uma distribuição unimodal. É possível observar que os tratamentos contendo inulina tiveram uma tendência maior para diâmetros abaixo da média, quando comparado com o tratamento de GA, que teve tendência maior para partículas maiores da média.

Figura 5 - Distribuição do tamanho de partículas das microcápsulas de óleo de abacate virgem produzidas com diferentes proporções de Goma Arábica e Inulina



Fonte: Do autor (2020)

O diâmetro médio de volume das partículas ($D_{(4,3)}$) e o espalhamento das partículas (SPAN), obtido por medições Laser Scattering Martersizer está demonstrado na Tabela 3.

Tabela 3 - Diâmetro médio volumétrico ($D_{(4,3)}$) e espalhamento das partículas (SPAN) com diferentes proporções de material de parede

Tratamento	$D_{(4,3)}$ μm	Span
GA	$28,69 \pm 0,63^a$	$4,73 \pm 0,12^a$
GA:IN 3:1	$18,61 \pm 0,12^b$	$2,36 \pm 0,02^b$
GA:IN 1:1	$12,62 \pm 0,37^c$	$2,42 \pm 0,01^b$

Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem significativamente entre si ($p < 0.05$) pelo teste de Tukey.

Fonte: Do autor (2020)

As partículas apresentaram valores médios variando de 12,62 a 28,63 μm , sendo o tratamento GA:IN (1:1) o que apresentou menor diâmetro e o de GA o maior. Desse modo foi possível observar que quanto maior a proporção de inulina, menor foi o $D_{(4,3)}$ das partículas. É considerado uma distribuição muito estreita, na secagem por pulverização, quando o intervalo relativo é menor que 2. Intervalos próximos a 2 é caracterizado como uma distribuição estreita (GOTTLIEB; SCHWARTZBACH, 2004). Logo, a adição de IN colaborou para uma tendência à distribuição mais estreita.

Dois fatores principais podem afetar no tamanho das partículas atomizadas: propriedades físicas da emulsão (viscosidade) e os parâmetros operacionais utilizados (JAFARI et al., 2008b). Nesse caso, como os parâmetros operacionais foram padronizados, podemos associar as variações em maior grau com a viscosidade.

Botrel et al. (2014) avaliaram a combinação de IN e maltodextrina com isolado proteico de soro de leite (WPI) e encontrou valores de $D_{(4,3)}$ semelhantes (entre 15,6 a 18,6 μm). Os autores também observaram que a adição de IN diminuiu o tamanho médio das partículas. Além disso, a relação entre a viscosidade e o $D_{(4,3)}$ também foi identificada em ambos os trabalhos. Quanto maior a viscosidade, maior foi o diâmetro médio das partículas.

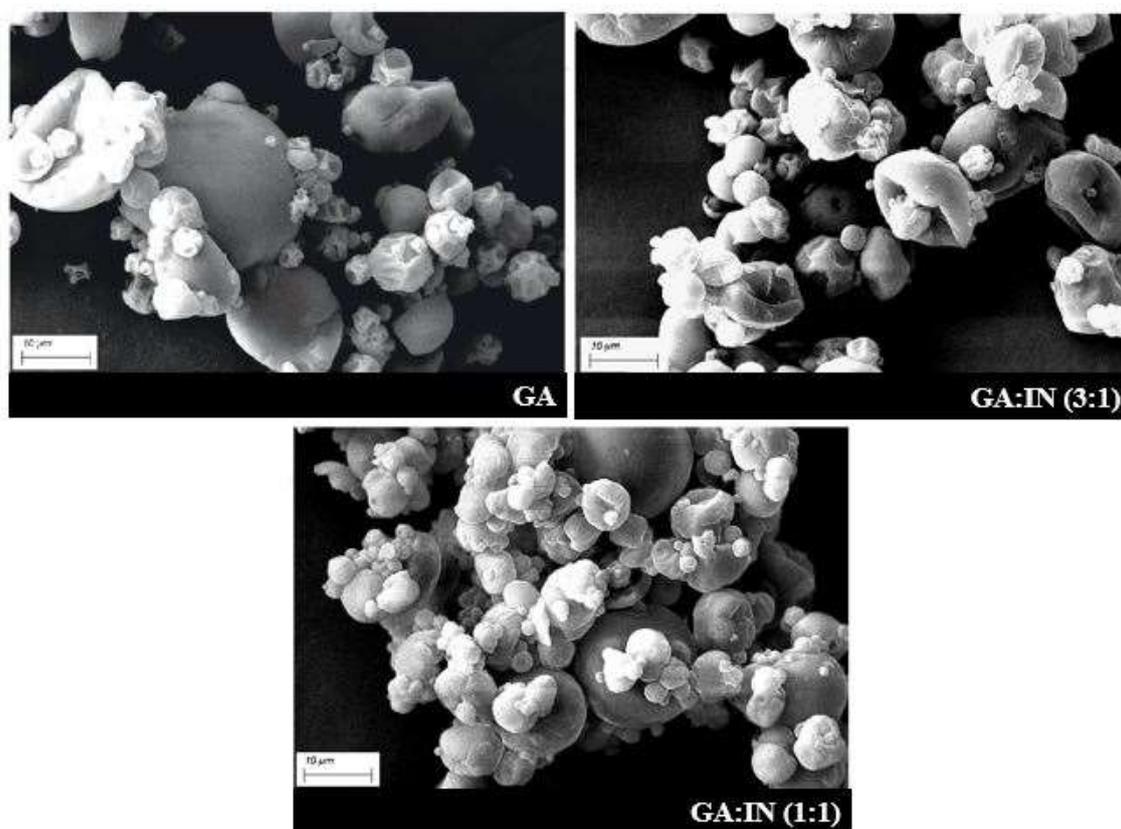
O tamanho das partículas secas pelo processo de secagem por atomização é de grande importância para a indústria de alimentos, pois influencia em diversas

características do pó, como aparência, dispersibilidade e fluidez das partículas (REINECCIUS, 2004).

3.3.2 Morfologia das partículas

As micrografias obtidas das micropartículas de óleo de abacate, atomizadas por *spray dryer*, estão apresentadas na Figura 6. A morfologia das partículas do pó seco por atomização afeta algumas propriedades do material, logo, é uma característica de grande importância. A eficiência de encapsulação de diversos polímeros, por exemplo, pode estar associada a presença de fissuras, rachaduras e porosidade (GARCIA; TONON; HUBINGER, 2012). Nesse sentido, podemos também relacionar a integridade da partícula com uma menor permeabilidade a gases e maior proteção do material ativo.

Figura 6 - Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura das partículas de óleo de abacate virgem com diferentes proporções de Goma Arábia e Inulina. GA: goma arábica, IN: inulina



Fonte: Do autor (2020)

Em geral, podemos observar que todos os tratamentos apresentaram micropartículas de formato esférico e superfície lisa. Também foi identificado a formação

de algumas cavidades, mas não foi identificada a presença de nenhuma fissura ou rachadura. Garcia, Tonon e Hubinger (2012) relataram morfologia semelhante para a encapsulação de óleo essencial de manjeriço usando goma arábica como material de parede. Essas irregularidades são formadas devido ao tempo de evaporação da água do material, que provoca o encolhimento das partículas durante a secagem. Estudos mostram que quanto maior a temperatura do ar da câmara, mais rápida será a evaporação da água, impedindo que a partícula encolha e ocorra a formação dessas cavidades. Kinalski e Noreña, (2019) observaram que ao encapsular extrato de alho com goma guar parcialmente hidrolisada e goma arábica, em diferentes temperaturas, houve uma diferença na morfologia das partículas. O aumento da temperatura de 140 para 160 °C resultou em superfícies mais lisas. Também foi observado que partículas de leite a 200 °C tinham superfícies lisas e a 120 °C eram enrugadas e menores (NIJDAM; LANGRISH, 2006).

Entretanto, no caso do presente trabalho, o aumento da temperatura pode levar a degradação do óleo, que é altamente susceptível à oxidação quando submetido a temperaturas mais elevadas.

Também é possível observar, que todas as partículas formaram aglomerados, o que é comum em pós produzidos por atomização. Esses aglomerados podem ajudar na proteção do material ativo, já que é muito provável que haja a presença dele nos interstícios desses aglomerados (TOLEDO HIJO et al., 2015).

3.3.3 Teor de óleo superficial e eficiência da microencapsulação

A eficiência da encapsulação é um importante fator a ser analisado no processo de secagem de óleo por atomização. O teor de óleo superficial, ou seja, a quantidade de óleo não encapsulado, é comumente utilizado como parâmetro para o cálculo da eficiência. A Tabela 4 apresenta os valores de óleo superficial e eficiência de microencapsulação dos diferentes tratamentos.

Tabela 4 - Médias e desvio padrão do teor de óleo superficial e da eficiência de microencapsulação do óleo de abacate com diferentes materiais de parede

Tratamento	Óleo superficial (%)	Eficiência (%)
GA	35,30 ± 0,19 ^b	64,70 ± 0,19 ^a
GA:IN (3:1)	32,93 ± 0,92 ^b	67,07 ± 0,92 ^a
GA:IN (1:1)	48,35 ± 1,47 ^a	51,65 ± 1,47 ^b

Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem significativamente entre si ($p < 0.05$) pelo teste de Tukey.

Fonte: Do autor (2020)

O teor de óleo superficial variou de 32,93 % a 48,35 %. O tratamento usando a proporção 1:1 apresentou a menor eficiência de encapsulação (51,65 %) significativamente diferente das demais. A maior eficiência foi encontrada no tratamento na proporção 3:1 (67,07 %), sendo que ele não se diferiu estatisticamente do tratamento usando só a GA como material de parede. Um dos principais fatores que afetam a eficiência de encapsulação é a natureza do material encapsulante. A GA é um dos materiais mais utilizados para o processo de encapsulação de óleos devido a sua ótima característica emulsificante (JAFARI et al., 2008b). Apesar da IN não apresentar boas propriedades emulsificantes, a adição de IN na proporção 3:1 manteve o índice de eficiência de encapsulação quando comparado ao tratamento GA. Por outro lado, o excesso de IN provocou redução significativa da eficiência, indicando a existência de um valor máximo de substituição da GA. Segundo Da Silva Carvalho et al. (2016) a presença de açúcar pode trabalhar como plastificante, evitando o encolhimento das micropartículas, contribuindo para uma melhor cobertura e melhoria da eficiência.

É possível correlacionar a eficiência de encapsulação com a estabilidade da emulsão, ao passo que emulsões são sistemas termodinamicamente instáveis, logo, a separação de fases influenciará diretamente na eficiência (GARCIA; TONON; HUBINGER, 2012). Sendo assim, confirmou-se também a relação entre a eficiência de encapsulação com a distribuição de tamanho das gotículas da emulsão, como já mencionado anteriormente, e também comprovado dos estudo de Jafari et al., (2008a), em que o maior teor de óleo superficial encontrado também foi no tratamento com maior polidispersividade do diâmetro médio das gotículas.

Foi identificada uma relação da eficiência de microencapsulação com os resultados da análise de estabilidade da emulsão, onde os tratamentos GA e GA:IN (3:1)

apresentaram ótima estabilidade da emulsão durante o tempo necessário para o processo de atomização, conseqüentemente foram os que resultaram em maior eficiência, já no tratamento GA:IN (1:1) a emulsão começou a se desestabilizar antes do desejado afetando a eficiência de encapsulação do material.

Outro fator de grande importância a ser considerado é a viscosidade da emulsão. Para atingir uma boa eficiência é necessário encontrar um ponto ótimo de viscosidade do material, a fim de reduzir a circulação e oscilação das gotículas internas, ajudando na retenção do óleo. Entretanto, o aumento excessivo da viscosidade pode provocar uma lenta formação das gotículas e evaporação da água podendo ocasionar menor retenção de óleo na matriz da partícula (BOTREL et al., 2014). Foi possível evidenciar essa relação neste trabalho, uma vez que a inulina provocou a diminuição da viscosidade da emulsão, influenciando no resultado da eficiência.

Dessa forma, combinação de GA e IN na proporção 3:1 é uma alternativa bastante promissora, devido as propriedades prebióticas da IN, pois atende o objetivo de consumir alimentos mais saldáveis, além de manter a eficiência significativamente igual ao tratamento GA sozinha.

3.3.4 Atividade de água, umidade e molhabilidade

A atividade de água (a_w) e umidade são parâmetros fundamentais que estão diretamente relacionados com a estabilidade de produtos em pó. Estas estão associadas ao crescimento microbiano e, conseqüentemente, a velocidade de degradação dos alimentos. Já, a molhabilidade está diretamente relacionada a capacidade do material de absorver água, ou seja a facilidade de reconstituição do pó (BAE; LEE, 2008). Os resultados das análises de atividade de água, umidade e molhabilidade estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Valores médios de atividade de água, umidade e molhabilidade das micropartículas de óleo de abacate microencapsulado

Tratamento	a_w	Umidade (%)	Molhabilidade (s)
GA	$0,096 \pm 0,009^a$	$1,97 \pm 0,12^c$	$77,00 \pm 5,57^a$
GA/IN (3:1)	$0,083 \pm 0,006^a$	$2,23 \pm 0,05^b$	$67,67 \pm 3,06^a$
GA/IN (1:1)	$0,087 \pm 0,005^a$	$3,23 \pm 0,05^a$	$32,33 \pm 3,51^b$

Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem significativamente entre si ($p < 0.05$) pelo teste de Tukey.

Fonte: Do autor (2020)

Os tratamentos apresentaram valores de a_w entre 0,083 a 0,096, os quais são inferiores a 0,3, o que é recomendado para alimentos em pó (GICHAU; OKOTH; MAKOKHA, 2019). A adição de inulina nas diferentes proporções não influenciou na a_w dos pós ($p < 0,05$). Esses resultados foram inferiores aos encontrados nas micropartículas de óleo de carpa usando GA, amido modificado, MD e IN como materiais de parede (0,16 a 0,21) (NAWAS et al., 2019).

Em relação a umidade, a menor umidade observada foi no tratamento usando somente a GA (1,97 %) como material de parede, e conforme a proporção de IN aumentou, também houve um aumento da umidade, sendo o tratamento com maior concentração de IN (1:1) foi o que apresentou a umidade mais elevada (3,23 %). Apesar dessa diferença, todos os tratamentos apresentaram umidade dentro da faixa (entre 3-4 %) desejada para pós secos usados nas indústrias de alimentos (GOYAL et al., 2015). Os valores de umidade foram muito próximos aos encontrados em estudo de microencapsulação de óleo essencial de alecrim, usando GA, maltodextrina e IN como materiais de parede (1,40 - 3,56 %) (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014) e de microencapsulação de óleo de palma com GA, amido de mandioca e concentrado de proteína de leite (0,74 - 2,79 %) (FERREIRA et al., 2016).

A molhabilidade do pó foi influenciada pela substituição parcial de GA por IN, o pó com maior proporção de IN (1:1) apresentou o menor tempo de molhabilidade (32,33 s), enquanto os tratamentos com GA pura e GA:IN (3:1) apresentaram tempos superiores e não se diferiram estatisticamente entre si ($p < 0,05$). A inulina reduziu significativamente o tempo de molhabilidade dos pós produzidos, ou seja, ela melhorou as características de reconstituição do pó, o que é desejável para seu uso em formulações alimentícias.

Esse fato pode estar associado a característica da inulina de apresentar muitos grupos hidrofílicos, facilitando a interação com a água, além de estar relacionado também ao fato dela resultar em uma maior umidade do pó e também contribuir para a produção de um pó mais pesado. Outro fator que pode ter influenciado na diminuição do tempo de molhabilidade, é o tamanho da partícula, pois a inulina provocou a diminuição do diâmetro médio das partículas assim como no tempo de molhabilidade. Wang et al., (2020) também observaram que a IN contribuiu para a diminuição do tempo de molhabilidade quando comparada com a outros carboidratos prebióticos (amido anidro octenilsuccínico e quitosana) no processo de nanoencapsulação de óleo de algas

Os baixos valores de a_w e umidade garantem a conservação dos pós produzidos, uma vez que impede que ocorram alterações em sua estrutura além de conferir

estabilidade química e microbiológica. E o baixo tempo de molhabilidade, principalmente do tratamento GA:IN 1:1, indica ser um produto de fácil incorporação em matrizes alimentícias.

3.3.5 Cinética de adsorção de água

Os coeficientes ajustados para o modelo de cinética de adsorção de água das partículas de óleo de abacate microencapsulado estão apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Valores dos coeficientes ajustados do modelo de cinética de adsorção

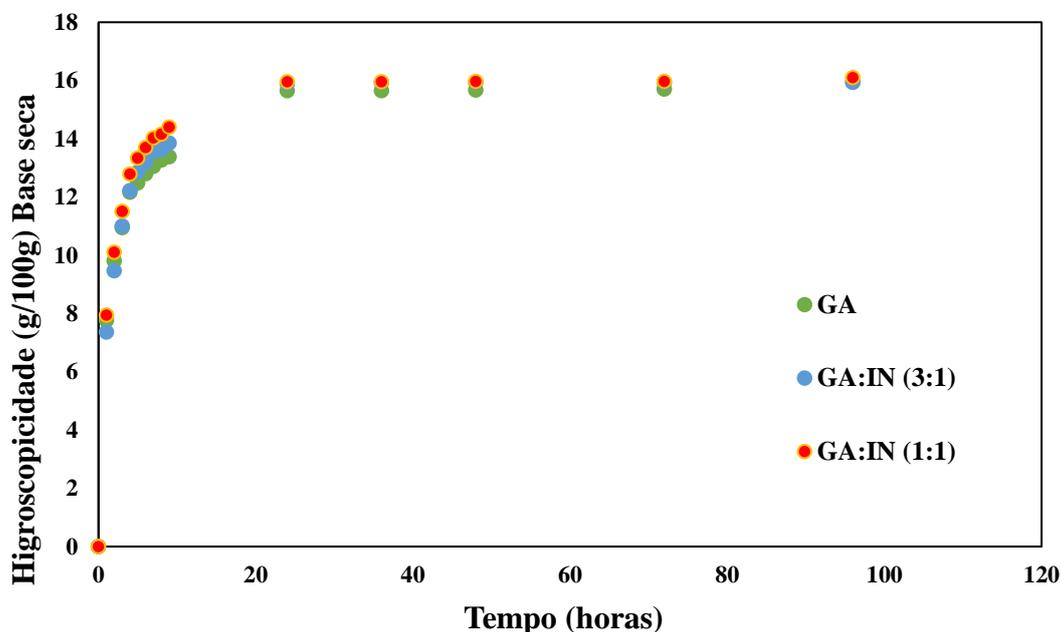
Tratamento	R ²	k (h ⁻¹)	q _e (g/100g)	E (%)
GA	0,81	36,21 ^a	13,36 ^a	13,69
GA:IN (3:1)	0,80	18,05 ^b	13,53 ^a	13,96
GA:IN (1:1)	0,82	18,66 ^b	13,87 ^a	12,49

Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem significativamente entre si (p<0.05) pelo teste de Tukey.

Fonte: Do autor (2020)

A constante k está relacionada com a velocidade de adsorção de água do material. Desse modo, foi possível observar que a adição de IN provocou a diminuição da velocidade em que pó absorveu a água, uma vez que o pó contendo apenas GA apresentou velocidade significativamente superior. Desse modo, a IN colaborou para uma melhor proteção do material, contribuindo para uma maior estabilidade ao pó. O coeficiente q_e relaciona a umidade de equilíbrio dos pós em equilíbrio (SILVA et al., 2018). Não houve diferença significativa entre os valores de q_e para os diferentes tratamentos, confirmando a higroscopicidade dos materiais ao atingirem o equilíbrio, como mostrado na Figura 7.

Figura 7 - Valores de higroscopicidade, expresso em ganho de umidade, em relação ao tempo em atividade de água de 75 % das micropartículas de óleo de abacate microencapsulado com diferentes materiais de parede



Fonte: Do autor (2020)

Durante as primeiras horas houve uma maior absorção de água devido à baixa umidade inicial dos pós. Nas primeiras 15 horas, a maior absorção foi no pó de maior umidade inicial (GA:IN (1:1)), e a menor, no pó de menor umidade inicial (GA). A maior absorção, do tratamento contendo mais IN pode estar relacionada com o tamanho de partícula, pois quanto menor a partícula, maior a superfície de contato logo, maior adsorção. Entretanto, após aproximadamente 40 horas, todos os tratamentos se comportaram de forma muito semelhante, apresentando valores muito próximos de higroscopicidade na a_w de 75 %, podendo ser considerados pós com intermediária higroscopicidade.

Lima et al., (2019) avaliaram a higroscopicidade de GA e IN puros como agentes encapsulantes de antocianinas e polifenóis de juçara. Para a GA eles encontraram higroscopicidade superior (26,35 g/100 g) a todos os tratamentos do nosso trabalho. Já o resultado obtido para os pós produzidos com IN, a higroscopicidade foi bastante próxima (15,77g/100 g) aos encontrados em nosso estudo. É desejado que produtos em pó apresentem baixa higroscopicidade, para que tenham uma melhor conservação e melhor vida de prateleira (CAMPELO et al., 2017a).

Todos os materiais apresentaram baixos valores de higroscopicidade, como desejado. A substituição parcial de GA por IN não afetou as características higroscópicas dos pós produzidos, porém colaborou para uma melhor proteção ao óleo de abacate, podendo ser considerada um material promissor.

3.3.6 Isotermas de adsorção

É de extrema importância a análise de isotermas de sorção para produtos em pó, pois a partir dessa análise é possível observar a capacidade do pó de liberar ou absorver água quando submetido a atmosferas de diferentes umidades relativas a uma temperatura específica. A fluidez do pó pode ser afetada de forma significativa com a relação de água presente (TEUNOU; FITZPATRICK; SYNNOTT, 1999). As isotermas de sorção podem nos ajudar a entender como será o comportamento das micropartículas de óleo de abacate, quando incorporadas em diferentes tipos de matrizes de alimentos.

Para isso, os 5 modelos matemáticos propostos neste trabalho (GAB, BET, Halsey, Oswin e Smith) foram analisados, a fim de identificar o melhor ajuste para os pós obtidos. Os valores estimados para os coeficientes e parâmetros estão demonstrados na Tabela 7. Todos os modelos apresentaram um coeficiente de correlação (R^2) satisfatório ($>0,95$), sendo assim, foi analisado o menor valor do percentual do desvio relativo médio (E), para a escolha do melhor modelo. Para esse parâmetro, é considerado satisfatório o $E < 10\%$ (MOHAPATRA; SRINIVASA RAO, 2005). Os modelos de GAB, BET e Smith apresentaram bom ajuste para os resultados, porém o modelo de GAB foi escolhido para a construção das curvas de isotermas por apresentar altos valores de R e baixos valores de E e ainda por fornecer informações dos parâmetros físico-químicos.

Tabela 7 - Valores dos parâmetros estatísticos e coeficientes dos modelos de GAB, BET, Halsey, Oswin e Smith para o óleo de abacate microencapsulado com diferentes proporções de goma arábica e inulina

Modelos e equação		GA	GA:IN 3:1	GA:IN 1:1
$X_{eq} = \frac{X_m C k a_w}{(1 - k a_w)(1 - k a_w + C k a_w)}$ GAB	X_m	5,225	6,125	5,315
	C	16,840	6,963	18,535
	K	0,942	0,850	0,922
	E	4,508	1,752	1,099
	R^2	0,998	0,998	0,999
$X_{eq} = \frac{(X_m C a_w) \cdot (1 - (n + 1) + a_w^n + n a_w^{n+1})}{(1 - a_w) \cdot (1 + (C - 1) \cdot a_w - C \cdot n a_w^{n+1})}$ BET	X_m	4,029	5,088	4,732
	C	47,215	8,013	24,721
	K	31,968	9,730	14,247
	E	5,782	2,680	1,835
	R^2	0,994	0,997	0,997
$X_{eq} = \left(\frac{a}{\ln a_w} \right)^{\frac{1}{b}}$ Halsey	a	2,569	2,841	3,002
	b	1,056	1,120	1,130
	E	18,917	15,259	17,192
	R^2	0,994	0,963	0,992
	$X_{eq} = \left[\frac{a_w}{(1 - a_w)} \right]^b$ Oswin	a	9,183	8,517
b		0,596	0,551	0,596
E		13,282	5,483	0,553
R^2		0,979	0,995	0,997
$X_{eq} = a + b \log[(1 - a_w)]$ Smith		a	2,499	1,50
	b	25,001	24,502	25,875
	E	9,514	4,462	5,542
	R^2	0,955	0,997	0,997

Fonte: Do autor (2020)

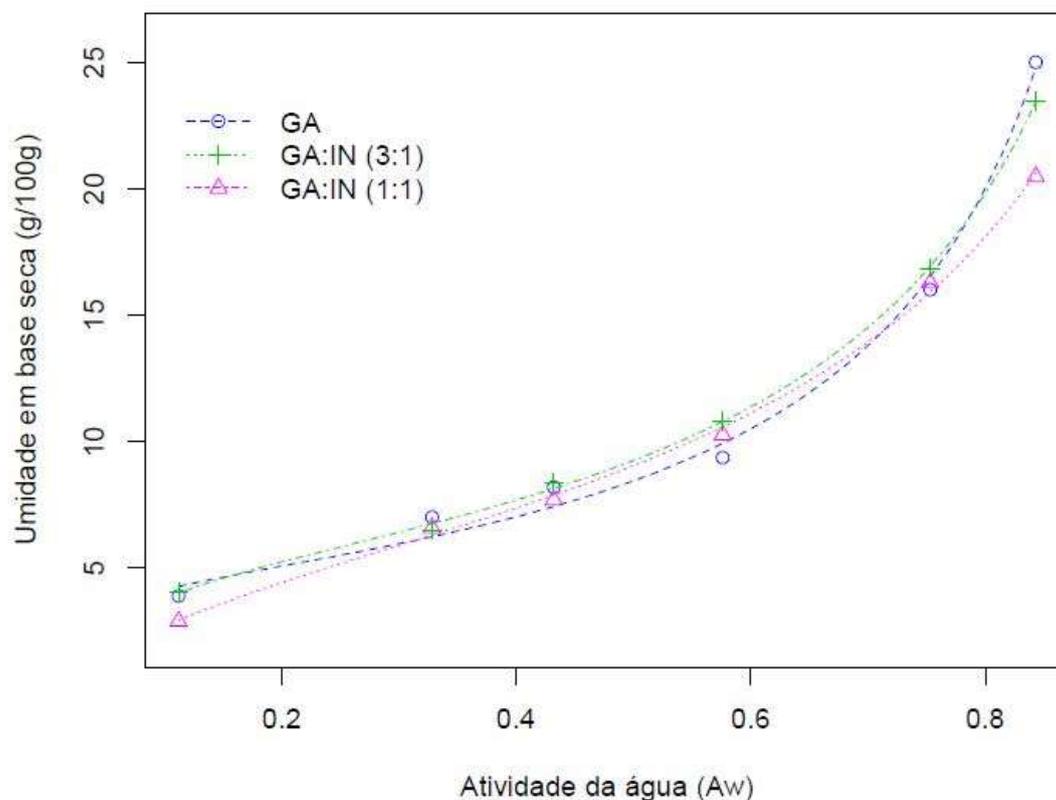
A umidade da monocamada (X_m) é um parâmetro de grande importância para a definição de tipos de embalagem e processos de armazenamento ideais para o produto, a fim de dificultar o processo de alteração e consequente deterioração do alimento. Para minimizar as perdas da qualidade do alimento, é desejável que, a uma determinada temperatura, a a_w esteja igual ou abaixo do valor de X_m . Abaixo desse valor, é esperado que o produto apresente mínimas taxas de deterioração (GOULA et al., 2008). Como apresentado na Tabela 4, os pós de abacate microencapsulado com GA, GA:IN (1:1) e GA:IN (3:1) apresentaram X_m igual a 5,225, 5,315 e 6,125 g/100 g, respectivamente. A

proporção de IN não influenciou de forma proporcional no valor de X_m , o maior teor foi apresentado na amostra GA:IN 3:1, entretanto esse resultado foi muito próximo aos demais tratamentos. Valores próximos foram encontrados em estudo de secagem de suco de beterraba usando IN e WPI como materiais de parede, os valores de X_m variaram entre 5,59 - 6,02 g/100 g (CARMO et al., 2019). Em estudo de suco de açaí microencapsulado com GA também foi encontrado um valor de X_m (5,3 g/100 g) próximo ao deste trabalho (TONON et al., 2009).

Verificou-se que a umidade na monocamada pode estar relacionada ao teor de óleo superficial das partículas, pois o tratamento com maior valor de X_m apresentou menor teor de óleo superficial. Essa relação também foi observada em pós de polpa de abacate liofilizados com IN e MD, em que, quanto maior a quantidade de biopolímeros, maior foi o valor da X_m (STĘPIEŃ; WITCZAK; WITCZAK, 2020). A natureza hidrofóbica do óleo de abacate na superfície da partícula pode ter dificultado a disponibilidade de ligação com a água. Também foi verificado por Adamiec (2009) que o aumento do teor de óleo de hortelã-pimenta (em massa) encapsulado com MD diminuiu o teor de umidade na monocamada.

Os gráficos experimentais e as curvas ajustadas para o modelo de GAB das isotermas de sorção das micropartículas do óleo de abacate microencapsulado estão apresentados na Figura 8. A regressão linear obtida pelo modelo está representada pelas linhas contínuas do gráfico.

Figura 8 - Comportamento dos pós de óleo de abacate microencapsulado com GA e IN em atividade de água variado de 11 a 85 %



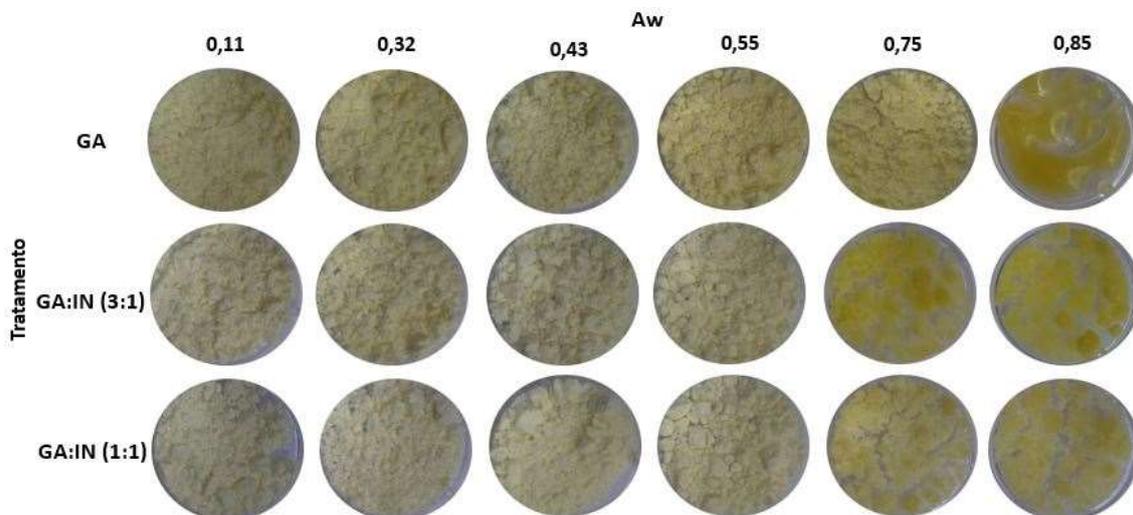
Fonte: Do autor (2020)

De acordo com as classificações propostas por Brunauer, Emmett e Teller (1939), as curvas obtidas apresentaram o formato tipo 3 (não sigmoidal). Esse tipo de curva também foi encontrado por Tonon et al. (2009) em microencapsulação de açaí, usando GA, MD e amido de tapioca como materiais de parede.

De modo geral, as amostras se comportaram de forma bem semelhante nas diferentes umidades analisadas. O tratamento com maior proporção de IN (GA:IN 1:1), apresentou menor absorção nas umidades de 11 e 85 %, já nas demais umidades o comportamento foi muito próximo aos demais. Somente nas umidades de 55 e 85 % foi possível identificar diferença de higroscopicidade entre as três amostras, entretanto essas diferenças não seguiram um padrão proporcional a quantidade de IN. A substituição parcial de GA por IN não mostrou efeito muito significativo na higroscopicidade do material, desse modo, a combinação desses materiais é uma alternativa promissora.

A Figura 9 apresenta as características físicas dos pós produzidos com as diferentes proporções de IN nas diferentes a_w , à 25 °C.

Figura 9 - Características físicas dos pós produzidos com os diferentes materiais de parede, em diferentes atividades de água durante a análise de isotermas de adsorção



Fonte: Do autor (2020)

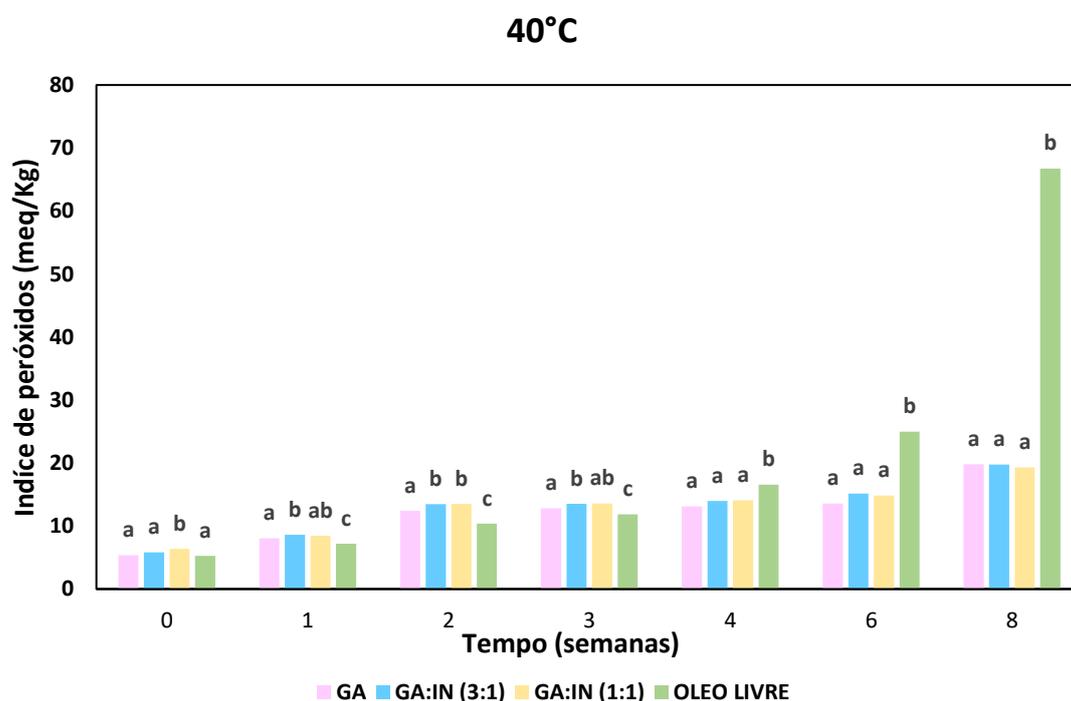
As características físicas dos pós foram mudadas quando armazenados em diferentes umidades. Quanto maior a proporção de IN, menos rigorosa foi essa mudança. Não houve nenhuma mudança quando os pós foram armazenados nas a_w de 11 a 55 %. Já a partir da a_w de 75 %, visualmente, os pós começaram a sair do estado vítreo e para um estado borrachoso. A GA pura na a_w de 85 % apresentou um aspecto pastoso/gomoso, indicando que a temperatura de transição vítrea desse material foi atingida. Essa característica pode estar relacionada com a cinética de absorção de umidade do material, pois o tratamento usando apenas a GA como material de parede apresentou uma velocidade de absorção bem maior que os tratamentos contendo IN. Com esses resultados observamos a viabilidade do uso da IN como material de parede para a encapsulação por atomização, pois não é desejado que as partículas apresentem elevada adsorção. Os pós produzidos com a IN, além de apresentarem boas propriedades de reconstituição, tendem a possuir maior estabilidade e melhor conservação. Resultados semelhantes foram observados por Fernandes; Borges; Botrel, (2014) ao avaliarem a combinação da IN com GA e com amido modificado em estudo de microencapsulação de óleo essencial de alecrim.

3.4 Estabilidade oxidativa

3.4.1 Índice de peróxido

A estabilidade oxidativa do óleo de abacate microencapsulado com os diferentes materiais de parede (goma arábica e inulina) foi avaliada pela determinação do índice de peróxido (IP) ao longo de 8 semanas, a 40 e 60 °C com o objetivo de acelerar o processo de oxidação. As variações do IP nas diferentes temperaturas estão demonstradas nas Figuras 10 (40 °C) e 11 (60 °C).

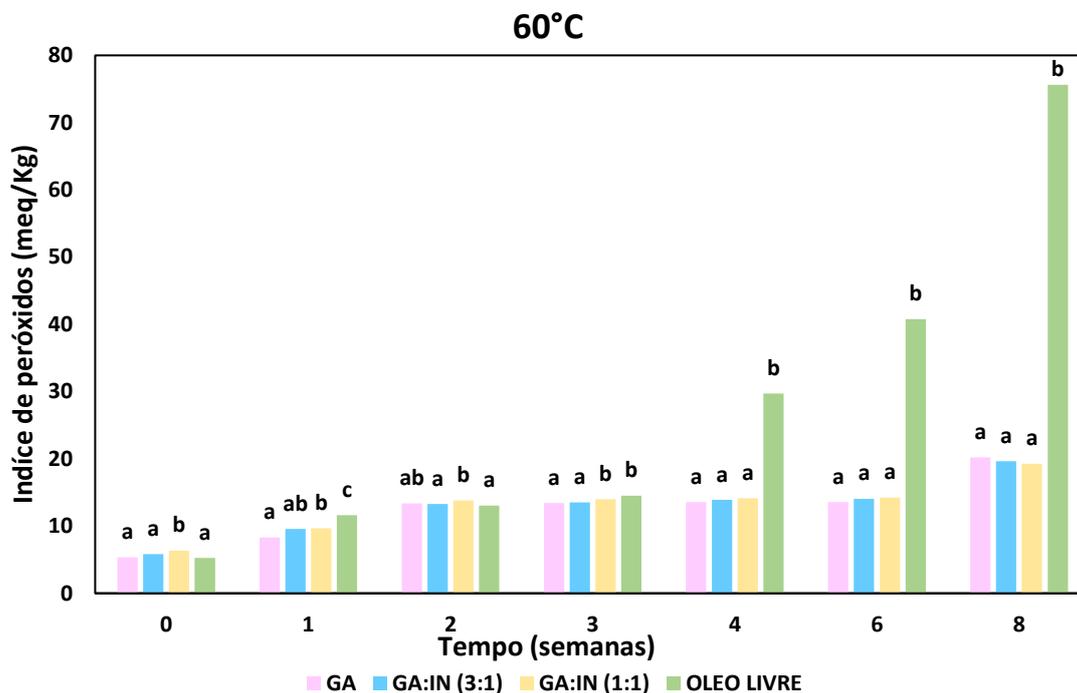
Figura 10 - Índice de peróxidos dos óleos de abacate virgem microencapsulado com os diferentes materiais de parede e do óleo livre, armazenamos a 40 °C



Letras diferentes no mesmo Tempo (semanas) diferem significativamente entre si ($p < 0.05$) pelo teste de Tukey.

Fonte: Do autor (2020)

Figura 11 - Índice de peróxidos dos óleos de abacate virgem microencapsulado com os diferentes materiais de parede e do óleo livre, armazenamos a 60 °C



Letras diferentes no mesmo Tempo (semanas) diferem significativamente entre si ($p < 0.05$) pelo teste de Tukey.

Fonte: Do autor (2020)

No tempo inicial, logo após a realização do processo de secagem, todas as amostras apresentaram baixo nível de oxidação e as micropartículas produzidas resultaram em IP muito próximos aos do óleo não encapsulado. Logo, o processo de microencapsulação por *spray dryer* não acelerou a ocorrência de oxidação das amostras, como é relatado em alguns trabalhos na literatura (GRANADOS-VALLEJO et al., 2019; LEE et al., 2020; VAUCHER et al., 2019). Nas primeiras semanas de armazenamento, o óleo não encapsulado apresentou IP inferior ao dos óleos encapsulados, em ambas as temperaturas (40 e 60 °C). Esse fato pode ser explicado pela presença de óleo superficial nas micropartículas provenientes do processo de secagem que, em temperatura elevada, pode sofrer uma aceleração do processo de oxidação. Além disso o óleo presente na superfície da partícula não fica protegido contra a luz e oxigênio da mesma maneira que aquele encapsulado (BOTREL et al., 2017).

A partir da quarta semana, foi possível observar uma mudança nessa tendência, onde o óleo livre apresentou IP superior aos demais e as amostras encapsuladas não apresentaram diferença significativa entre elas. Nesse caso, pode-se inferir que a matriz polimérica foi eficiente para impedir ou retardar a migração do óleo interno para a

superfície, onde fica mais susceptível à oxidação e ainda proteger o óleo interno contra a oxidação. Comportamento semelhante foi observado por (BOTREL et al., 2017) ao encapsular óleo de peixe e armazená-los a 25 °C. Os autores observaram que durante os primeiros 30 dias, os óleos encapsulados tiveram um IP maior que o óleo a granel, já após 40 dias a situação também foi invertida, a matriz polimérica provocou um atraso no processo de oxidação do óleo. A microencapsulação por *spray dryer* também se mostrou eficiente para melhorar a proteção de óleo de chia, usando GA, WIP e MD como materiais de parede (ALCÂNTARA et al., 2019). Sotelo-Bautista et al. (2020) avaliaram a estabilidade oxidativa do óleo de abacate microencapsulado usando MD e WPI como materiais de parede e também observaram que o óleo encapsulado apresentou estabilidade oxidativa consideravelmente maior que o óleo livre. Em relação às duas temperaturas estudadas, foi possível observar que o aumento da temperatura contribuiu para uma maior oxidação do óleo livre, porém o óleo encapsulado se manteve mais estável nas duas temperaturas.

A técnica de microencapsulação por *spray dryer* se mostrou bastante eficiente para transformação do óleo líquido em pó, sendo possível realizar o processo sem comprometer a estabilidade oxidativa do óleo. Dessa forma, pode-se obter um produto com maior facilidade de incorporação em formulações alimentícias, com melhor conservação e facilidade no transporte e armazenamento, quando comparado ao óleo na forma livre, além de retardar a degradação oxidativa do produto.

4 CONCLUSÃO

O uso da inulina em combinação com a goma arábica pode ser uma alternativa viável para o processo de secagem por atomização do óleo de abacate. A substituição parcial de GA por uma fração de IN na proporção 3:1 garantiu boa estabilidade da emulsão e resultou em uma melhor eficiência de encapsulação. As partículas produzidas não apresentaram fissuras ou rachaduras. A adição de inulina melhorou as propriedades de reconstituição do material, além disso, ela colaborou para a diminuição da velocidade de absorção de água do pó, garantindo uma melhor proteção do óleo. O óleo de abacate microencapsulado apresentou melhor estabilidade oxidativa que o óleo livre e não houve diferença entre os materiais de parede. Além disso a inulina é considerada um alimento prebiótico que ajuda na saúde intestinal. Sendo assim, o óleo de abacate microencapsulado com esses materiais é um produto promissor para as indústrias de alimentos, pois além de maior facilidade de incorporação nas matrizes alimentícias, ele se torna mais fácil de transportar e armazenar.

5 REFERÊNCIAS

- ADAMIEC, J. Moisture Sorption Characteristics of Peppermint Oil Microencapsulated by Spray Drying. **Drying Technology**, v. 27, n. 12, p. 1363–1369, 30 nov. 2009.
- ALCÂNTARA, M. A. et al. Influence of the emulsion homogenization method on the stability of chia oil microencapsulated by spray drying. **Powder Technology**, v. 354, p. 877–885, set. 2019.
- ARANCIBIA, C. et al. Comparing the effectiveness of natural and synthetic emulsifiers on oxidative and physical stability of avocado oil-based nanoemulsions. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 44, n. May, p. 159–166, dez. 2017.
- BAE, E. K.; LEE, S. J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. **Journal of Microencapsulation**, v. 25, n. 8, p. 549–560, 20 dez. 2008.
- BERASATEGI, I. et al. Stability of avocado oil during heating: Comparative study to olive oil. **Food Chemistry**, v. 132, n. 1, p. 439–446, mai. 2012.
- BOTREL, D. A. et al. Influence of wall matrix systems on the properties of spray-dried microparticles containing fish oil. **Food Research International**, v. 62, p. 344–352, ago. 2014.
- BOTREL, D. A. et al. Application of cashew tree gum on the production and stability of spray-dried fish oil. **Food Chemistry**, v. 221, p. 1522–1529, abr. 2017.
- CAI E CORKE. Production and Properties of Spray-dried. v. 65, n. 3600, p. 1248–1252, 2000.
- CAMPELO, P. H. et al. Hygroscopic, thermal and chemical properties of cinnamon essential oil microparticle obtained by spray drying. **Emirates Journal of Food and Agriculture**, v. 29, n. 11, p. 884–892, 24 nov. 2017a.
- CAMPELO, P. H. et al. Stability of lime essential oil emulsion prepared using biopolymers and ultrasound treatment. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. sup1, p. S564–S579, 18 dez. 2017b.
- CARMO, E. L. et al. The use of different temperatures and inulin:whey protein isolate ratios in the spray drying of beetroot juice. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 43, n. 10, p. 1–9, 23 out. 2019.
- DA SILVA CARVALHO, A. G. et al. Physical properties and morphology of spray dried microparticles containing anthocyanins of jussara (*Euterpe edulis* Martius) extract. **Powder Technology**, v. 294, p. 421–428, jun. 2016.
- DE SOUZA, H. J. B. et al. Utility of Blended Polymeric Formulations Containing Cellulose Nanofibrils for Encapsulation and Controlled Release of Sweet Orange Essential Oil. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 6, p. 1188–1198, 14 jun. 2018.
- ENCINA, C. et al. Conventional spray-drying and future trends for the microencapsulation of fish oil. **Trends in Food Science & Technology**, v. 56, p. 46–60, out. 2016.
- ESMAEILI, A.; GHOLAMI, M. Optimization and preparation of nanocapsules for food applications using two methodologies. **Food Chemistry**, v. 179, p. 26–34, jul. 2015.

- FERNANDES, R. V. D. B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, n. 1, p. 524–532, jan. 2014.
- FERNANDES, R. V. DE B. et al. Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. **Industrial Crops and Products**, v. 94, p. 413–423, dez. 2016.
- FERREIRA, C. D. et al. Physicochemical Characterization and Oxidative Stability of Microencapsulated Crude Palm Oil by Spray Drying. **Food and Bioprocess Technology**, v. 9, n. 1, p. 124–136, 1 jan. 2016.
- FLORES, M. et al. Avocado oil: Characteristics, properties, and applications. **Molecules**, v. 24, n. 11, p. 1–21, jun. 2019a.
- FLORES, M. et al. Preliminary Studies of Chemical and Physical Properties of Two Varieties of Avocado Seeds Grown in Chile. **Journal of Food Quality**, v. 2019, p. 1–11, 9 set. 2019b.
- FRASCARELI, E. C. et al. Food and Bioproducts Processing Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, n. 3, p. 413–424, jan. 2012.
- FUCHS, M. et al. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. v. 75, p. 27–35, 2006.
- GARCIA, L. C.; TONON, R. V.; HUBINGER, M. D. Effect of Homogenization Pressure and Oil Load on the Emulsion Properties and the Oil Retention of Microencapsulated Basil Essential Oil (*Ocimum basilicum* L.). **Drying Technology**, v. 30, n. 13, p. 1413–1421, out. 2012.
- GICHAU, A. W.; OKOTH, J. K.; MAKOKHA, A. Moisture sorption isotherm and shelf life prediction of complementary food based on amaranth–sorghum grains. **Journal of Food Science and Technology**, 19 out. 2019.
- GONZÁLEZ, E. et al. Role of maltodextrin and inulin as encapsulating agents on the protection of oleuropein during in vitro gastrointestinal digestion. **Food Chemistry**, v. 310, n. November 2019, p. 125976, abr. 2020.
- GOTTLIEB, N.; SCHWARTZBACH, C. Development of an internal mixing two-fluid nozzle by systematic variation of internal parts. **Proceedings ILASS Europe**, 2004.
- GOULA, A. M. et al. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, v. 85, n. 1, p. 73–83, mar. 2008.
- GOYAL, A. et al. Development and physico-chemical characterization of microencapsulated flaxseed oil powder: A functional ingredient for omega-3 fortification. **Powder Technology**, v. 286, p. 527–537, dez. 2015.
- GRANADOS-VALLEJO, M. et al. Oxidative Stability of Green Coffee Oil (*Coffea arabica*) Microencapsulated by Spray Drying. **Processes**, v. 7, n. 10, p. 734, 14 out. 2019.
- HUANG, H. et al. Influence of emulsion composition and spray-drying conditions on microencapsulation of tilapia oil. **Journal of Food Science and Technology**, v. 51, n. 9, p. 2148–2154, 13 set. 2014.

- JAFARI, S. M. et al. Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying. **Food Research International**, v. 41, n. 2, p. 172–183, jan. 2008a.
- JAFARI, S. M. et al. Encapsulation Efficiency of Food Flavours and Oils during Spray Drying. **Drying Technology**, v. 26, n. 7, p. 816–835, jul. 2008b.
- KINALSKI, T.; NOREÑA, C. P. Z. Effect of spray drying encapsulation of garlic extract on inulin and thiosulfinates contents. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 13, n. 3, p. 2438–2447, mai. 2019.
- KRUMREICH, F. D. et al. Avocado Oil Incorporated in Ultrafine Zein Fibers by Electrospinning. **Food Biophysics**, v. 14, n. 4, p. 383–392, 22 dez. 2019.
- LAGERGREN S. About the Theory of So-Called Adsorption of Soluble Substances. **K Sven Vetenskapsakad Handl** v. 24, p. 1-39, 1898.
- LAINE, P. et al. Emulsion preparation with modified oat bran: Optimization of the emulsification process for microencapsulation purposes. **Journal of Food Engineering**, v. 104, n. 4, p. 538–547, jun. 2011.
- LEE, D.-S. et al. Characterization of fatty acids composition in vegetable oils by gas chromatography and chemometrics. **Analytica Chimica Acta**, v. 358, n. 2, p. 163–175, jan. 1998.
- LEE, W. J. et al. Storage stability and degradation kinetics of bioactive compounds in red palm oil microcapsules produced with solution-enhanced dispersion by supercritical carbon dioxide: A comparison with the spray-drying method. **Food Chemistry**, v. 304, n. August 2019, p. 125427, jan. 2020.
- LIMA, E. M. F. et al. Effect of encapsulating agent and drying air temperature on the characteristics of microcapsules of anthocyanins and polyphenols from juçara (*Euterpe edulis* Martius). **International Food Research Journal**, v. 26, n. 2, p. 607–617, abr. 2019.
- MOHAPATRA, D.; SRINIVASA RAO, P. A thin layer drying model of parboiled wheat. **Journal of Food Engineering**, v. 66, n. 4, p. 513–518, fev. 2005.
- NAWAS, T. et al. Impact of Wall Material on the Physiochemical Properties and Oxidative Stability of Microencapsulated Spray Dried Silver Carp Oil. **Journal of Aquatic Food Product Technology**, v. 28, n. 1, p. 49–63, 2 jan. 2019.
- NAZZARO, F. et al. Microencapsulation in food science and biotechnology. **Current Opinion in Biotechnology**, v. 23, n. 2, p. 182–186, abr. 2012.
- NIJDAM, J. J.; LANGRISH, T. A. G. The effect of surface composition on the functional properties of milk powders. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 4, p. 919–925, dez. 2006.
- PÉREZ-MONTERROZA, E. J.; CHAUX-GUTIÉRREZ, A. M.; NICOLETTI, V. R. Encapsulation of avocado oil in amylose solution from cassava starch. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, n. 5, p. e13594, mai. 2018.
- REINECCIUS, G. A. The Spray Drying of Food Flavors. **Drying Technology**, v. 22, n. 6, p. 1289–1324, jun. 2004.
- ROMANO, N. et al. Physico-chemical and structural properties of crystalline inulin

- explain the stability of *Lactobacillus plantarum* during spray-drying and storage. **Food Research International**, v. 113, n. July, p. 167–174, nov. 2018.
- SCHWINGSHACKL, L.; HOFFMANN, G. Monounsaturated fatty acids, olive oil and health status: a systematic review and meta-analysis of cohort studies. **Lipids in Health and Disease**, v. 13, n. 1, p. 154, 1 dez. 2014.
- SHAHIDI NOGHABI, M.; MOLAVEISI, M. Microencapsulation optimization of cinnamon essential oil in the matrices of gum Arabic, maltodextrin, and inulin by spray-drying using mixture design. **Journal of Food Process Engineering**, n. November, p. 1–13, 23 dez. 2019.
- SHANTHA, N. C.; DECKER, E. A. Rapid, sensitive, iron-based spectrophotometric methods for determination of peroxide values of food lipids. **Journal of AOAC International**, v. 77, n. 2, p. 421–424, 1994.
- SHARMA, S. et al. Efficacy of free and encapsulated natural antioxidants in oxidative stability of edible oil: Special emphasis on nanoemulsion-based encapsulation. **Trends in Food Science & Technology**, v. 91, n. August 2018, p. 305–318, set. 2019.
- SILVA, E. K. et al. Ultrasound-assisted formation of annatto seed oil emulsions stabilized by biopolymers. **Food hydrocolloids**, v. 47, p. 1–13, jan. 2015.
- SILVA, R. S. et al. Physicochemical properties of tucumã (*Astrocaryum aculeatum*) powders with different carbohydrate biopolymers. **LWT - Food Science and Technology**, v. 94, n. April, p. 79–86, ago. 2018.
- SOTELO-BAUTISTA, M. et al. OSA-maltodextrin as wall material for encapsulation of essential avocado oil by spray drying. **Journal of Dispersion Science and Technology**, v. 41, n. 2, p. 235–242, 28 jan. 2020.
- STĘPIEŃ, A.; WITCZAK, M.; WITCZAK, T. Moisture sorption characteristics of food powders containing freeze dried avocado, maltodextrin and inulin. **International Journal of Biological Macromolecules**, p. 118214, jan. 2020.
- SUN-WATERHOUSE, D. et al. Storage Stability of Phenolic-Fortified Avocado Oil Encapsulated Using Different Polymer Formulations and Co-extrusion Technology. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, n. 8, p. 3090–3102, 11 nov. 2012.
- TAN, C. X. Virgin avocado oil: An emerging source of functional fruit oil. **Journal of Functional Foods**, v. 54, n. October 2018, p. 381–392, mar. 2019.
- TEUNOU, E.; FITZPATRICK, J. .; SYNNOTT, E. . Characterisation of food powder flowability. **Journal of Food Engineering**, v. 39, n. 1, p. 31–37, jan. 1999.
- TOLEDO HIJO, A. A. C. et al. Physical and Thermal Properties of Oregano (*Oreganum vulgare* L.) Essential Oil Microparticles. **Journal of Food Process Engineering**, v. 38, n. 1, p. 1–10, fev. 2015.
- TONON, R. V. et al. Water sorption and glass transition temperature of spray dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice. **Journal of Food Engineering**, v. 94, n. 3–4, p. 215–221, out. 2009.
- TURCHIULI, C. et al. Use of different supports for oil encapsulation in powder by spray drying. **Powder Technology**, v. 255, p. 103–108, mar. 2014.
- VAHIDMOGHADAM, F. et al. Characteristics of freeze-dried nanoencapsulated fish

oil with whey protein concentrate and gum arabic as wall materials. **Food Science and Technology**, v. 39, n. suppl 2, p. 475–481, dez. 2019.

VAUCHER, A. C. DOS S. et al. Microencapsulation of fish oil by casein-pectin complexes and gum arabic microparticles: oxidative stabilisation. **Journal of Microencapsulation**, v. 36, n. 5, p. 459–473, 4 jul. 2019.

WANG, Y. et al. Prebiotic carbohydrates: Effect on physicochemical stability and solubility of algal oil nanoparticles. **Carbohydrate Polymers**, v. 228, n. June 2019, p. 115372, jan. 2020.

ZHANG, L. et al. Spray-dried xylooligosaccharides carried by gum Arabic. **Industrial Crops and Products**, v. 135, n. August 2018, p. 330–343, set. 2019.

ZUNGUR BASTIOĞLU, A.; KOÇ, M.; KAYMAK ERTEKIN, F. Moisture sorption isotherm of microencapsulated extra virgin olive oil by spray drying. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 11, n. 3, p. 1295–1305, 20 set. 2017.