



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO CEARÁ**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS**  
**DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE**  
**ALIMENTOS**

**STEPHANY EMMANUELY BANDEIRA DOS SANTOS**

**PARTÍCULAS LIPÍDICAS CARREGADORAS DE ÁCIDO ASCÓRBICO OBTIDAS**  
**POR ASPERSÃO À TEMPERATURA AMBIENTE**

**FORTALEZA**

**2018**

STEPHANY EMMANUELY BANDEIRA DOS SANTOS

PARTÍCULAS LIPÍDICAS CARREGADORAS DE ÁCIDO ASCÓRBICO OBTIDAS POR  
ASPERSÃO À TEMPERATURA AMBIENTE

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Alimentos de Origem Vegetal

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lucicleia Barros de Vasconcelos Torres

Coorientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Kaliana Sítonio Eça

FORTALEZA

2018

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação  
Universidade Federal do Ceará  
Biblioteca Universitária

Gerada automaticamente pelo módulo Catalog, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

---

- S238p Santos, Stephany Emmanuely Bandeira dos.  
Partículas lipídicas carregadoras de ácido ascórbico obtidas por aspersão à temperatura ambiente /  
Stephany Emmanuely Bandeira dos Santos. – 2018.  
55 f. : il. color.
- Dissertação (mestrado) – Universidade Federal do Ceará, Centro de Ciências Agrárias, Programa de  
Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Fortaleza, 2018.  
Orientação: Profa. Dra. Lucicleia Barros de Vasconcelos Torres.  
Coorientação: Profa. Dra. Kaliana Sitonio Eça.
1. Encapsulação. 2. Ácido ascórbico. 3. Composto bioativo. 4. Leite fluidizado. I. Título.

CDD 664

---

STEPHANY EMMANUELY BANDEIRA DOS SANTOS

PARTÍCULAS LIPÍDICAS CARREGADORAS DE ÁCIDO ASCÓRBICO OBTIDAS POR  
ASPERSÃO À TEMPERATURA AMBIENTE

Tese ou Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Área de concentração: Alimentos de origem vegetal.

Aprovada em: 29 / 08 / 2018.

BANCA EXAMINADORA

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lucicleia Barros de Vasconcelos Torres (Orientadora)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Kaliana Sítonio Eça (coorientadora)  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof. Dr. Marcos Amorim Afonso Rodrigues  
Universidade Federal do Ceará (UFC)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Andrea Cardoso de Aquino  
Universidade Estadual do Ceará (UECE)

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Luciana Siqueira  
Universidade Estadual do Ceará (UECE)

A Deus, por ser o alicerce da minha vida.

Aos meus pais, Benedita e Wellington, pela  
educação e exemplo de integridade.

Aos meus irmãos, pelo amor e incentivo.

Ao meu filho Henrique, por ser minha maior  
fonte de inspiração.

Ao meu marido Abraão, por todo apoio.

## **AGRADECIMENTOS**

À CAPES, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio.

À Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Lucicleia Barros, pela excelente orientação.

À Prof<sup>a</sup> Dr<sup>a</sup> Kaliana Sitonio, pela coorientação eficiente, com sua ajuda primordial na execução desde projeto.

Aos professores doutores participantes da banca examinadora Marcos Rodrigues, Andrea Aquino e Luciana Siqueira pelo tempo, pelas valiosas colaborações e sugestões.

Aos Laboratórios de Frutas e Hortaliças da UFC, de Controle de Qualidade e Secagem da UFC e de Química do IFCE por ter tornado possível a execução prática do projeto.

Aos colegas que me auxiliaram nas análises, me dando todo apoio possível na execução de todas as etapas do projeto.

A todos que se fizeram presentes, contribuindo de alguma forma para que fosse possível a concretização desta dissertação. Os meus sinceros agradecimentos!

“Mantenha seus olhos nas estrelas e seus pés  
no chão.”

Theodore Roosevelt.

## RESUMO

O estudo de partículas lipídicas está se tornando bastante promissor na utilização em diversas áreas, incluindo a alimentícia, atuando como carreadoras de compostos instáveis, tornando-as alvo de inúmeras pesquisas acadêmica e industrial. Esta pesquisa teve como objetivo a elaboração de partículas lipídicas à base de óleo de soja contendo ácido ascórbico (AA) por aspersão à temperatura ambiente, assim como avaliar a influência do processo e da concentração das matérias-primas. Foram utilizados óleo de soja totalmente hidrogenado (OSTH) e óleo de soja refinado (OS) como material de parede, solução aquosa de AA como material ativo e lecitina de soja como emulsificante. Foi feito um Delineamento Composto Central Rotacionado (DCCR)  $2^2$  fatorial, tendo como variáveis independentes a variação entre as concentrações de OSTH e OS e de AA e variáveis respostas o rendimento do processo, a eficiência de encapsulação de AA, o potencial Zeta e o tamanho das partículas. A emulsão foi atomizada em leito fluidizado (LabMaq 3.0) e o bombeamento da amostra feito em bomba peristáltica na velocidade de 120rpm. Além das variáveis respostas do planejamento experimental, as partículas também foram avaliadas quanto à morfologia e espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FT-IR). Os ensaios estudados apresentaram rendimentos entre 63,63% a 72,04% e o seu percentual máximo obtido entre os ensaios com maior concentração de solução de AA. O modelo matemático proposto no gráfico de superfície de resposta indica que a eficiência de encapsulação efetiva é inversamente proporcional ao quadrado da solução de AA presente na partícula. Essas apresentaram tamanhos entre 0,304 $\mu$ m a 0,538 $\mu$ m e potencial Zeta entre -39mV e -53,1mV, demonstrando sua natureza hidrofóbica e estabilidade satisfatória das mesmas. O conjunto dos resultados destas análises físicas convergiram para a obtenção de uma partícula tipo matriz com característica densa e formato esférico. Os espectros infravermelhos obtidos indicaram a presença de grupos funcionais característicos das matérias-primas utilizadas e a não interação química entre as mesmas. Desta forma, o estudo possibilitou a produção e caracterização de partículas lipídicas através de uma forma inovadora de obtenção desses encapsulados, sendo interessante estudos futuros de aprimoramento da técnica assim como possíveis aplicações dessas partículas em produtos alimentícios.

**Palavras-chave:** Encapsulação. Ácido ascórbico. Composto bioativo. Leito fluidizado.

## ABSTRACT

The study of lipidic particles is being promising in the use in several areas, including the food, actuating the carriers of unstable compounds, becoming the target of online and industrial researches. This research had a source of lipid particles based on soybean oil with ascorbic acid (AA) by spraying at room temperature, as well as having an influence on the process of production and processing of proteins. Fully hydrogenated soybean oil (OSTH) and refined soybean oil (OS) as a wall material, aqueous solution as an active material and soy lecithin as an emulsifier. A rotational central composite (DCCR) 2 factorial design was proposed, alternately between the OSTH and OS and AA combinations, and sometimes the process efficiency, the effective encapsulation efficiency of AA (effective EE), the Zeta potential and the mean diameter of the particles. The emulsion was atomized in a fluidized bed (LabMaq 3.0) and the partitioning was done in a peristaltic pump at a speed of 120rpm. In addition, the experimental tests of the experimental design were used to evaluate the morphology and absorption spectroscopy in the infrared region (FT-IR). The returns obtained 63.63% to 72.04% and its maximum percentage among the tests with the highest concentration of AA solution. The mathematical model presented a ribbon graph of which the encapsulation efficiency is automatic and inversely proportional to the square of the AA solution present in the particle. The average result was between 0.304 $\mu$ m to 0.538 $\mu$ m and the Zeta potential between -39mV and -53.1mV, demonstrating its hydrophobicity and satisfactory stability. The set of embedded doses is converged to a matrix partition with dense characteristic and spherical shape. The particulate patterns withdrawn indicated the presence of groups characteristic of the raw materials used and not interfering between them. In this way, the study allowed the production and characterization of lipid particles through an innovative form of encapsulated datasets, being of interest in future studies to improve the technique.

**Keywords:** Encapsulation. Ascorbic acid. Bioactive compound. Fluidized bed.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	– Comparação entre partículas.....	19
Figura 2	– Classificação das partículas .....	20
Figura 3	– Desenho esquemático de um <i>spray dryer</i> de uso industrial.....	23
Figura 4	– Adaptações da técnica de <i>spray drying</i> para uso da técnica de <i>spray chilling</i>	25
Figura 5	– Estrutura do ácido L-ascórbico.....	31
Figura 6	– Diagrama de pareto do rendimento no encapsulamento da solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.....	40
Figura 7	– Superfície de resposta do rendimento dos ensaios com variação da concentração das misturas de OSTH/OS e solução de AA.....	41
Figura 8	– Diagrama de pareto da EE efetiva no encapsulamento da solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.....	43
Figura 9	– Superfície de resposta da EE efetiva dos ensaios com variação da concentração das misturas de OSTH/OS e solução de AA-----	44
Figura 10	– Superfície de resposta do AA superficial (A) e total(B) dos ensaios com variação da concentração das misturas de OSTH/OS e solução de AA-----	45
Figura 11	– Micrografia das partículas lipídicas com variação na concentração de OSTH/OS e solução de AA.....	49
Figura 12	– Espectrograma das partículas com variação na concentração de OSTH/OS e solução de AA.....	50
Figura 13	– Curvas referentes ao espectro de infravermelho das partículas com e sem adição de AA e do AA puro.....	51

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Características dos ácidos graxos comuns .....	28
Tabela 2	– Níveis das variáveis obtido pelo DCCR.....	34
Tabela 3	– Composição centesimal das matérias-primas utilizadas na elaboração das partículas.....	35
Tabela 4	– Ensaio para elaboração das partículas lipídicas adicionadas de ácido ascórbico.....	35
Tabela 5	– Rendimento obtido no processo de elaboração das partículas lipídicas adicionadas de ácido ascórbico de acordo com o planejamento experimental.....	39
Tabela 6	– Análise de variância do rendimento no encapsulamento de solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.....	40
Tabela 7	– AA superficial, AA total e EE efetiva obtidos no processo de elaboração de partículas lipídicas adicionadas de AA com o planejamento experimental....	42
Tabela 8	– Análise de variância da EE efetiva no encapsulamento de solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.....	44
Tabela 9	– Valores de diâmetro médio obtidos no processo de elaboração das partículas lipídicas com o planejamento experimental.....	46
Tabela 10	– Valores de potencial Zeta obtidos no processo de elaboração das partículas lipídicas com o planejamento experimental.....	47

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AA	Ácido ascórbico
AG	Ácido graxo
ANOVA	Análise de variância
PUCPR	Pontifícia Universidade Católica do Paraná
DFI	2,6 diclorofenilindofenol
EE	Eficiência de encapsulação
FT-IR	Espectroscopia de Absorção na Região do Infravermelho
GP	Galato de propila
IUPAC	União \internacional de Química Pura e Aplicada
KBr	Brometo de potássio anidro
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
ML	Mistura de lipídeos
MLS	Micropartícula lipídica sólida
NLC	Carreadores lipídicos nanoestruturados
OS	Óleo de soja
OSTH	Óleo de soja totalmente hidrogenado
PET	Politereftalato de etileno
PGPR	Polirricinoleato de poliglicerol
PVC	Policloreto de vinila estável
TBIQ	Tec-butil- higoquinona

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>15</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	<b>17</b>
<b>2.1</b>	<b>Objetivo geral</b> .....	<b>17</b>
<b>2.2</b>	<b>Objetivos específicos</b> .....	<b>17</b>
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	<b>18</b>
<b>3.1</b>	<b>Encapsulação</b> .....	<b>18</b>
<b>3.1.1</b>	<i>Definição e classificação</i> .....	<b>18</b>
<b>3.1.2</b>	<i>Técnicas de encapsulação</i> .....	<b>20</b>
<b>3.1.3</b>	<i>Materiais de parede</i> .....	<b>27</b>
<b>3.1.4</b>	<i>Materiais de recheio</i> .....	<b>30</b>
<b>4</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>33</b>
<b>4.1</b>	<b>Material</b> .....	<b>33</b>
<b>4.2</b>	<b>Métodos</b> .....	<b>33</b>
<b>4.2.1</b>	<i>Preparo da emulsão</i> .....	<b>33</b>
<b>4.2.2</b>	<i>Elaboração das partículas lipídicas</i> .....	<b>33</b>
<b>4.2.3</b>	<i>Planejamento experimental</i> .....	<b>34</b>
<b>4.2.4</b>	<i>Rendimento global</i> .....	<b>35</b>
<b>4.2.5</b>	<i>Ácido ascórbico total (AA total)</i> .....	<b>36</b>
<b>4.2.6</b>	<i>Ácido ascórbico superficial (AA superficial)</i> .....	<b>36</b>
<b>4.2.7</b>	<i>Eficiência de encapsulação efetiva (EE efetiva)</i> .....	<b>37</b>
<b>4.2.8</b>	<i>Diâmetro médio e Potencial zeta</i> .....	<b>37</b>
<b>4.2.9</b>	<i>Microscopia eletrônica de varredura</i> .....	<b>37</b>
<b>4.2.10</b>	<i>Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FT-IR)</i> .....	<b>37</b>
<b>4.2.11</b>	<i>Análise estatística</i> .....	<b>38</b>
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>39</b>
<b>5.1</b>	<b>Rendimento do processo</b> .....	<b>39</b>
<b>5.2</b>	<b>Eficiência de encapsulação de ácido ascórbico</b> .....	<b>41</b>
<b>5.3</b>	<b>Diâmetro médio das partículas lipídicas</b> .....	<b>46</b>
<b>5.4</b>	<b>Potencial Zeta</b> .....	<b>47</b>
<b>5.5</b>	<b>Microscopia eletrônica de varredura</b> .....	<b>48</b>
<b>5.6</b>	<b>Espectroscopia de absorção na região do infravermelho</b> .....	<b>50</b>

<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO.....</b>	<b>53</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>54</b>

## 1 INTRODUÇÃO

A encapsulação de compostos bioativos vem sendo bastante estudada pela possibilidade de proteção a diversos fatores, como condições ambientais, de processo e estocagem, bem como no prolongamento da atividade dessas matérias-primas funcionais através de sua liberação gradual no produto aplicado (KUHN *et al.*, 2013). O ácido ascórbico, por exemplo, antioxidante utilizado como conservante alimentar, possui sua atividade comprometida por possuir instabilidade oxidativa. A sua encapsulação se torna interessante para manter por mais tempo sua capacidade antioxidante, prolongando assim a vida útil do produto adicionado (CONSOLI *et al.*, 2016).

Entre as várias técnicas que podem ser empregadas no processo de encapsulação, destaca-se a aspersão, sendo o processo dependente da composição química das matérias-primas (SARTORI *et al.*, 2016; CONSOLI *et al.*, 2016). Quando se trata de partículas com matriz polissacarídica, a encapsulação se dá pela perda de água do material através de seu aquecimento na câmara de secagem. Já as partículas lipídicas utilizam-se de temperaturas de refrigeração para sua elaboração, pois o material é alimentado no equipamento próximo a sua temperatura de fusão e submetido à perda de calor. Com isso o rendimento do processo é relativamente maior que a técnica de secagem, pois não ocorre perda de água, além de ser possível encapsular materiais sensíveis ao calor e ao oxigênio e diminuir a higroscopicidade de material ativo hidrofílico.

A adaptação do *spray drier* com a finalidade de resfriar o material na sua câmara, geralmente chamado de *spray chilling* ou *spray congealing*, é um dos equipamentos mais utilizados para obtenção de partículas lipídicas. Esse processo demanda um custo de energia significativo por utilizar temperaturas em torno de 10°C para a elaboração das partículas. Sendo assim, a utilização de misturas lipídicas com baixo ponto de fusão e cristalização (em torno de 80°C) permite que a solidificação dos mesmos ocorra à temperatura ambiente, tornando o processo mais interessante do ponto de vista comercial tanto em relação à economia de energia como na forma inovadora de obtenção das partículas.

O óleo de soja totalmente hidrogenado (OSTH) e o óleo de soja refinado (OS), por exemplo, são constituídos de ácidos graxos com temperaturas de fusão e cristalização relativamente baixos, como o ácido esteárico (64°C a 69°C) e ácido oleico (13°C a 14°C), podendo ser utilizados para a formação de partículas lipídicas à temperatura ambiente. Além disso, são de fácil obtenção pela sua ampla comercialização no mercado nacional.

A utilização de componentes lipídicos como material de parede tem sido proposta como uma alternativa de estabilização de compostos bioativos de natureza hidrofílica (SARTORI *et al.*, 2016; CONSOLI *et al.*, 2016). Com isso, torna-se possível a adição dessas partículas em materiais hidrofílicos sem que a mesma se dissolva no meio, perdendo sua função de proteger o composto ativo. Com isso é possível considerar que a encapsulação de ácido ascórbico em mistura de óleo de soja refinado e seu derivado hidrogenado à temperatura ambiente é bastante promissora, tanto do ponto de vista de otimização do processo como do ponto de vista comercial.

Diante do exposto, este trabalho teve como objetivo formular e caracterizar partículas lipídicas por aspersão à temperatura ambiente a base de óleo de soja contendo ácido ascórbico.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

Formular partículas lipídicas a base de óleo de soja contendo ácido ascórbico produzidas por aspersão à temperatura ambiente e sua posterior caracterização.

### **2.2 Objetivos específicos**

Encapsular através de processo aspersão concorrente AA em uma mistura de lipídios contendo OSTH/OS;

Avaliar a influência do processo e das diferentes concentrações de OSTH, OS e AA em relação ao rendimento, à eficiência de encapsulação de AA, ao diâmetro médio das partículas e ao potencial Zeta;

Caracterizar as partículas lipídicas quanto à morfologia e espectroscopia na região do infravermelho (FTIR).

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Encapsulação

##### 3.1.1 Definição e classificação

A encapsulação pode ser definida como um processo de aprisionamento de um composto ativo dentro de uma substância protetora estável produzindo encapsulados de tamanhos e propriedades funcionais variados. A substância encapsulada pode ser chamada de núcleo, preenchimento, ativo interno ou de carga útil. A substância que está encapsulando é muitas vezes chamada de revestimento, membrana, casca, cápsula, material de suporte, fase externa ou matriz (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015). Além disso, o encapsulamento é definido como uma tecnologia de embalagens de sólidos, líquidos ou materiais gasosos em pequenas cápsulas que liberam seu conteúdo a taxas controladas durante períodos prolongados e em condições específicas. As partículas produzidas têm normalmente diâmetros de alguns nanômetros a alguns milímetros (NEDOVIC *et al.*, 2011).

Os primeiros estudos de encapsulação de alimentos foram realizados em 1960, com a microencapsulação de óleos essenciais para a prevenção da oxidação e perda de compostos voláteis e para o controle da liberação do aroma (SANTOS, 2014). Esta técnica é aplicável à agricultura, em alimentos, em produtos farmacêuticos, na biotecnologia e na indústria têxtil. No que diz respeito aos produtos alimentares, a encapsulação encontrou muitas aplicações para revestir corantes, sabores, vitaminas e outros ingredientes alimentares sensíveis, a fim de aumentar a sua vida útil (AZEREDO, 2005) e em filmes e revestimentos, tornando essas embalagens ativas (NORONHA, 2014; KUHN, 2014).

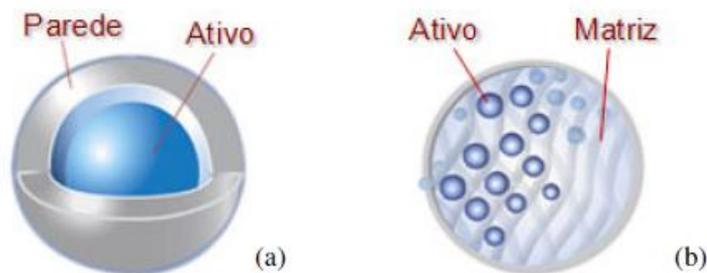
A tecnologia de encapsulamento tem sido utilizada na indústria alimentícia para fornecer ingredientes líquidos e sólidos com uma barreira eficaz contra fatores ambientais como oxigênio, luz, radicais livres, etc (RAY *et al.*, 2016). Dentre esses ingredientes, podemos incluir o fornecimento de compostos bioativos (antioxidantes, minerais, vitaminas, carotenoides, fitoesteróis, etc) e de células vivas (probióticos) em alimentos (NEDOVIC *et al.*, 2011).

De acordo com Zuidam e Shimoni (2010), os efeitos positivos da encapsulação em alimentos devem superar os efeitos negativos. Dentre as vantagens, podemos citar: imobilidade do agente ativo no processamento de alimentos, melhor estabilidade do produto e

durante o processamento, melhor segurança (reduz a inflamabilidade de voláteis sem manipulação do óleo volátil concentrado, por exemplo), criação de efeitos visíveis e de textura (sinais visuais) e liberação controlada dos componentes ativos. Todos esses parâmetros devem superar os custos adicionais, a maior complexidade do processo produtivo e/ou da cadeia de suprimentos e os desafios de estabilidade dos encapsulados durante o processamento e o armazenamento do produto alimentício.

As partículas podem ser classificadas de acordo com a forma em duas categorias: cápsulas e esferas (Figura 1). Na cápsula (a), o recheio se encontra envolvido pelo material de parede, onde atua como uma camada protetora, isolando a substância ativa do meio externo. Na esfera (b), as partículas são compostas por uma rede macromolecular ou lipídica onde o ativo encontra-se disperso no material de parede e uma pequena fração do recheio fica exposto na superfície (MAIA, 2013).

Figura 1- Comparação entre as partículas

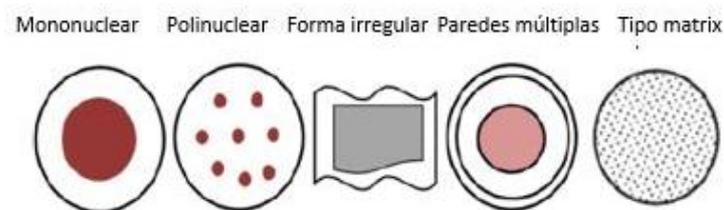


a: cápsula; b: esfera. Fonte: Maciel (2014).

Segundo Anandharamakrishnan (2015), as partículas são classificadas em três categorias:

- a) Cápsulas mononucleares: O núcleo está contido dentro de uma membrana de invólucro definida, com o núcleo ou parede ocupando 10-90% do volume da cápsula. Neste tipo, o núcleo é normalmente um líquido, e usualmente referido como encapsulados de núcleo líquido;
- b) Cápsulas polinucleares: Aqui, o invólucro possui muitas unidades de núcleos dentro dele. Este tipo de microencapsulação resulta especificamente quando uma etapa de emulsificação precede o processo de microencapsulação;
- c) Encapsulamento do tipo matriz: O núcleo é homogeneamente distribuído dentro da casca. Este é o tipo mais comum de morfologia encapsulada.

Figura 2- Classificação das partículas



Fonte: Anandharamakrishnan (2015)

Como representado na Figura 2, os encapsulados também podem ser classificados como mononuclear com paredes múltiplas e as cápsulas podem apresentar-se de forma irregular (não esférica). Os encapsulados com paredes múltiplas são desenvolvidos com o objetivo de alterar as características de estabilidade e permeabilidade das cápsulas.

### 3.1.2 Técnicas de encapsulação

Os processos de encapsulamento são classificados em três tipos: mecânico ou físico, químicos e físico-químicos. Os métodos físicos são constituídos pela emulsificação, *spray drying*, *spray chilling*, leite fluidizado, extrusão, centrifugação com múltiplos orifícios, co-cristalização e liofilização. Os métodos químicos são representados pela polimerização interfacial e inclusão molecular, e os métodos físico-químicos estão incluídos a coacervação simples ou complexa e envolvimento de lipossomas (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO 2012).

Ultimamente são utilizados a combinação de dois tipos de processo, visando conseguir uma encapsulação mais eficiente. Um exemplo clássico consiste na combinação da emulsificação com a secagem por pulverização, visando à obtenção de microencapsulados de compostos bioativos (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015). Micropartículas lipídicas contendo ácido ascórbico obtidas pela técnica de emulsificação em ultra-turrax seguida de resfriamento em *spray chilling* foram desenvolvidas para aplicação em salsichas, visando a substituição de aditivos (DE MATOS-JR et. al., 2017). Delfini (2016) utilizou a emulsificação pela técnica de homogeneização por rotor-estator e ultrassom seguida de secagem por *spray drying* para encapsular óleo de semente de maracujá. Frascareli (2012) encapsulou óleo de café em diferentes materiais de parede (maltodextrina, soro de leite e goma arábica) utilizando a técnica de emulsificação por alta pressão seguida de secagem por atomização. Essas técnicas permitem uma maior estabilidade das partículas formadas devido à secagem ou

resfriamento delas, formando encapsulados de baixa umidade.

### 3.1.2.1 Emulsificação

A emulsificação, em especial, tem precedido técnicas de secagem por pulverização em muitos estudos de encapsulação, com o objetivo de obter produtos mais estáveis e com características bioativas preservadas (FRASCARELI, 2012; DE MATOS-JR et. al., 2017; DELFINI, 2016). A emulsificação é um método adequado de encapsulação de bioativos lipofílicos que possuem solubilidade limitada em matrizes aquosas de alimentos. A emulsão é constituída de uma fase dispersa (núcleo) numa fase contínua circundante (material de parede), juntamente com agentes tensoativos ou emulsificantes. Com base na organização espacial relativa das fases lipofílica e hidrofílica, as emulsões formadas podem ser óleo-em-água, água em óleo ou emulsões duplas. Os ingredientes lipofílicos, tais como carotenóides e vitaminas lipossolúveis, são encapsulados dentro do núcleo hidrofóbico das gotículas de líquido, onde podem ser protegidos da degradação durante o armazenamento e depois libertados. O tipo de emulsão formado neste caso é uma emulsão óleo-em-água. Por outro lado, ingredientes hidrofílicos tais como polifenóis são encapsulados em uma emulsão água-em-óleo ou em emulsões duplas (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015).

A escolha do tipo de homogeneizador dependerá das características da matéria-prima bem como do objetivo final na formação das partículas. Os homogeneizadores mais utilizados são do tipo rotor-estator e homogeneização por ultrassom. O primeiro utiliza-se do choque mecânico da mistura com a parede do equipamento e da tensão de cisalhamento entre o rotor e o estator para a formação da emulsão. Já o último utiliza do fenômeno da cavitação-formação, crescimento e colapso de gases e bolhas de vapor devido à ação intensa de ondas de som na mistura para a formação de gotículas menores e sua consequente emulsificação (DELFINI, 2016).

Na produção de micropartículas lipídicas, a composição química do emulsionante irá interferir no tamanho da partícula, na estabilidade e no perfil de liberação. A lecitina hidrofóbica com conteúdo reduzido de fosfatidilcolina, por exemplo, é bastante utilizada como emulsionante, possuindo um potencial de liberação prolongado para componentes hidrofílicos (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012).

Peres *et al.* (2014) desenvolveu nanopartículas lipídicas sólidas de ácido esteárico para encapsulação de fármacos hidrofílicos através da técnica de fusão/dupla- emulsificação,

obtendo partículas estáveis sem a necessidade da utilização de solventes orgânicos.

Gomes (2016) utilizou a técnica de emulsificação para produção de micropartículas contendo ácido gálico como material de recheio, óleo de soja como fase oleosa (material de parede), monolaurato de polioxietileno de sorbitana (Tween 20) e polirricinoleato de poliglicerol (PGPR) como surfactantes. A encapsulação mostrou-se eficiente na proteção oxidativa do composto bioativo, sendo utilizado emulsões óleo/água e água/óleo.

Cavalheiro *et al.* (2015) cita em sua revisão a eficiência da técnica de emulsificação para a encapsulação de probióticos devido a sua capacidade de produção em grande escala e a obtenção de uma alta eficiência de encapsulação, formando partículas de tamanho reduzido.

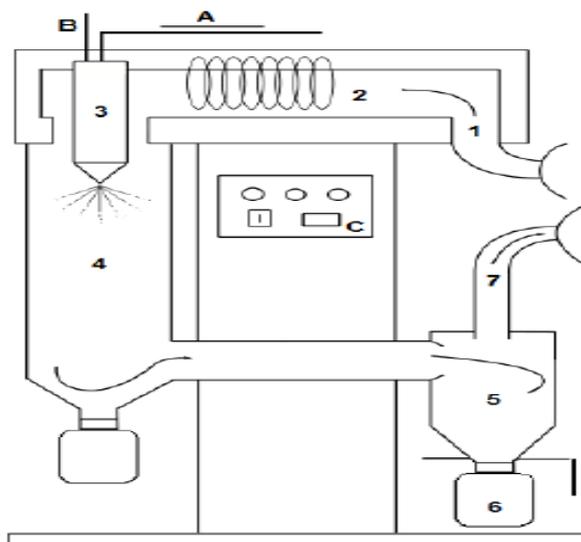
### 3.1.2.2 *Spray Dryer*

O spray dryer consiste em um equipamento que visa a transformação de soluções líquidas em pós de aspecto claro e poroso. É um método padrão de produção de leite e soro de leite em pó, café cremoso, queijo em pó, extrato de levedura desidratada, café e chá instantâneos, proteína de soja isolada, enzimas, maltodextrinas, ovo em pó e muitos outros produtos em forma de pó (BERK, 2013).

Na produção de encapsulados, esta técnica pode ser definida como a pulverização de emulsões num meio de secagem a alta temperatura, resultando numa evaporação muito rápida da água, o que resulta numa rápida formação de crosta e num aprisionamento quase instantâneo do material do núcleo (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007; ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015). Este processo possui diversas vantagens na produção de partículas por se tratar de um método econômico e flexível, podendo ser utilizado vários tipos de matrizes, obtendo-se partículas de boa qualidade (ASSIS *et al.*, 2012).

O processo de atomização por *spray dryer* possui 3 fases durante a sua operação: pulverização, secagem e evaporação. A Figura 3 mostra um esquema simplificado da operação (MACIEL, 2014).

Figura 3. Desenho esquemático de um *spray dryer* de escala laboratorial



(A): entrada da solução ou suspensão no atomizador; (B): entrada de ar no atomizador; (C): painel de controle; (1): entrada do gás de secagem; (2): aquecimento do gás de secagem; (3): atomização; (4): câmara de secagem; (5): ciclone; (6): coleta do produto seco; (7): saída do gás de secagem.

Fonte: Maciel (2014)

A formação da emulsão consiste na primeira fase da encapsulação, tendo por objetivo principal reunir o material de recheio e o agente de encapsulação (parede) antes da secagem para finalmente formar a partícula (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015). No caso de materiais de recheio sólidos, realiza-se a suspensão com a mesma finalidade.

A etapa de pulverização determina o tamanho, a qualidade, a homogeneidade e uniformidade das partículas formadas. Podem ser utilizados dois tipos de pulverizadores: de roda centrífuga e bicos de pulverização de alta pressão de fluido pulverizador ou bicos hidráulicos (BARBOSA-CANOVAS *et al.*, 2005). O uso do pulverizador tem como objetivo produzir a maior superfície possível de transferência de calor entre o ar e a solução (DELFINI, 2016).

A secagem ocorre na câmara de secagem, onde o líquido pulverizado entra em contato com o ar quente, ocorrendo a transferência de calor do ar de secagem para a solução e resultando na perda de água do produto para o ar por diferença de pressão. A temperatura do ar de entrada é normalmente condicionada por dois fatores: custo e faixa de temperatura que pode ser seguramente empregada, sem causar danos ao produto ou perigos operacionais (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007; FRASCARELI, 2012).

As partículas secas são separadas do ar de secagem através de um coletor após a passagem da câmara de secagem ou por utilização de equipamentos acoplados ao *spray dryer*, como ciclones (Figura 3), lavadores a seco e precipitadores eletrostáticos (MACIEL, 2014),

permitindo maior eficiência na separação.

A rápida evaporação e a baixa temperatura das partículas formadas possibilitam que esse processo seja utilizado para formação de partículas com material de recheio sensíveis ao calor, como vitaminas e compostos bioativos em geral, sem afetar a qualidade do produto final (FRASCARELI, 2012).

A técnica de secagem por pulverização geralmente é utilizada na formação de encapsulados com matrizes polissacarídicas ou protéicas. De Souza *et al.* (2015) desenvolveu micropartículas de ácido ascórbico em galactomanana por esta técnica, obtendo partículas de alta estabilidade e capacidade antioxidante preservada. Os probióticos *B. animalis* e *L. acidophilus* foram encapsulados em uma mistura de materiais de parede contendo maltodextrina, acetato ftalato de celulose, trehalose, futooligossacarídeo e leite em pó integral, mostrando-se eficiente na proteção dos micro-organismos contra condições gastrointestinais simuladas (DA SILVA *et al.*, 2015). Oliveira *et al.* (2013) avaliou a eficiência de encapsulação de polpa de morango em maltodextrina e goma arábica na produção de polpa de morango em pó, resultando em uma maior concentração de compostos bioativos as partículas com material de parede composta por goma arábica. Gasparini (2016) formulou e caracterizou microencapsulados de vitamina D3 em proteína de soro de leite pela técnica de secagem por atomização, sendo bem-sucedida a proteção do ativo em baixas concentrações.

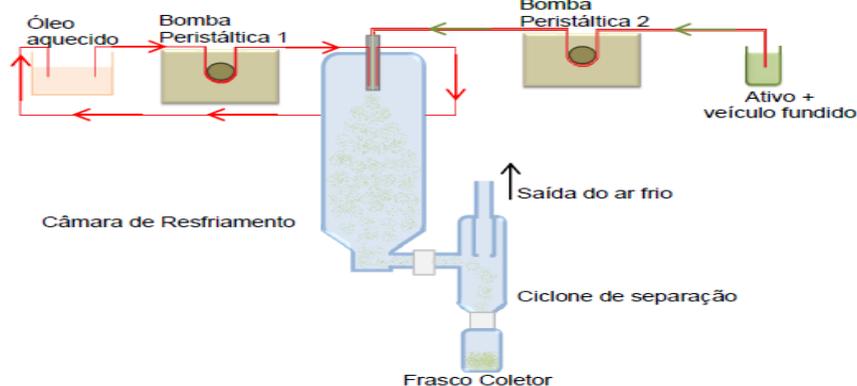
Estudos recentes mostram que a técnica de secagem por pulverização vai além da formação de partículas com matrizes hidrofílicas. Na área farmacêutica utiliza-se essa técnica para obter fármacos encapsulados em materiais de parede lipofílicos, como a fosfatidilcolina de soja e seu derivado hidrogenado como materiais de parede e o fármaco ibuprofeno como material de recheio (PERE, 2014). Segundo o mesmo autor, a vantagem da utilização desse método seria “a utilização de lipídios com ponto de fusão e cristalização relativamente baixos, permitindo a solidificação dos lipídios na matriz lipídica em temperatura ambiente, não sendo necessário submetê-las a baixas temperaturas para a formação das micropartículas”. A extensão dessa técnica para produtos alimentícios torna-se possível e vantajoso devido ao seu baixo custo e pela formação de partículas com características diferentes das usualmente obtidas no mercado.

### 3.1.2.3 *Spray Chilling*

Esta técnica visa principalmente a produção de microcápsulas constituídas por

lipídios como material de parede. Trata-se de um método semelhante ao *spray dryer*, podendo ser utilizado o mesmo equipamento com algumas alterações (FIGURA 4).

Figura 4. Adaptações da técnica de *spray dryer* para uso da técnica de *spray chilling*



Fonte: Nosari (2015).

É importante a manutenção da temperatura acima do ponto de fusão do óleo nas mangueiras até sua atomização, pois caso haja o resfriamento da solução no nebulizador, a mesma se solidificará, entupindo o bico. A bomba 1 possui a função de manter a temperatura do atomizador e a bomba 2 é a responsável pelo transporte do ativo juntamente com o veículo fundido até a sua atomização na câmara de resfriamento (FIGURA 4).

Na câmara de resfriamento, ocorre a solidificação da mistura pela diminuição da temperatura abaixo do seu ponto de fusão. Diferentemente do *spray dryer*, onde as partículas são produzidas pela evaporação do solvente na câmara, esta técnica forma partículas pela remoção de calor na câmara ocorrendo a fusão das cápsulas. Por esta razão, as partículas produzidas possuem aspecto denso e não poroso (NOSARI, 2015).

Essa técnica possui algumas desvantagens, como baixa capacidade de encapsulação, possível expulsão do material de recheio devido ao rearranjo polimórfico dos lipídios e da quantidade significativa do material de recheio na superfície da partícula. Porém, atualmente são utilizadas misturas de lipídios sólidos e líquidos para amenizar a expulsão do ativo e melhorar as propriedades das micropartículas lipídicas sólidas (MLS). Essas novas partículas lipídicas são denominadas de carreadores lipídicos nanoestruturados (NLC) (FERNANDEZ, 2014).

Diversos trabalhos mostram a eficiência desta técnica na encapsulação de alguns desses materiais. Leonel *et al.* (2010), desenvolveram MLS contendo ácido esteárico, ácido oleico e gordura vegetal hidrogenada como material e parede e glicose como material de recheio pela técnica de *spray chilling*. Os resultados mostraram a eficiente encapsulação do

ativo (78%) em todas as formulações analisadas, a liberação de apenas 10% de ativo no intervalo de 120 minutos e uma baixa concentração de glicose na superfície. Consoli (2016) encapsulou ácido gálico em óleo de soja totalmente hidrogenado e óleo de soja refinado utilizando técnica de *spray chilling*, apresentando altos valores de retenção do material de recheio (acima de 70%), resultando em partículas estáveis e com alta proteção do composto encapsulado. De Matos-Jr et. al. (2017) encapsulou ácido ascórbico em gordura interesterificada pela técnica de *spray chilling*, sendo capaz de reter o recheio em torno de 70% no período de 60 dias, resultando em partículas de alta estabilidade e promovendo a liberação controlada do recheio.

#### 3.1.2.4 Leito Fluidizado

A encapsulação em leito fluidizado ocorre quando o material a ser encapsulado (na forma de pó) é suspensa por uma corrente de ar quente ou fria, seguida da atomização do material de parede em solução ou fundida (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012). O leito de jorro, por exemplo, é um dos equipamentos que operam na forma de leito fluidizado, porém com a diferença de possuir um movimento cíclico mais homogêneo das partículas, além de ser mais eficiente quando operado em temperaturas mais baixas e na secagem de materiais de maior diâmetro (MATHUR & EPSTEIN, 1974).

Essa técnica é umas das poucas que permitem que a partícula seja formada por qualquer tipo de material de cobertura (polissacarídeos, proteínas, lipídios, emulsificantes), permitindo a produção de partículas com características diversas. A utilização de gorduras como material de parede nesta técnica possui a vantagem da não necessidade de solvente para formação da partícula, como no caso de materiais de base aquosa, reduzindo o tempo de processo, além do menor custo devido à menor demanda de energia (AZEREDO, 2005).

Rosenkranz *et al.* (2008) combinaram as vantagens do leito fluidizado com fluido supercrítico para encapsulação de proteínas em parafina, sendo bem-sucedida com cargas de parafina até 9,1/100gramas e rendimento até cerca de 100%, mostrando-se eficientes na qualidade do produto final.

Coronel-Aguilera *et al.* (2015) aplicaram a técnica de leito fluidizado para formação de partículas de  $\beta$ -caroteno contendo hidroxipropilmetilcelulose como material de parede previamente secas em spray drying, obtendo-se produtos com alta estabilidade térmica e manutenção da coloração característica do bioativo.

Benelli e Oliveira (2015) estudaram as propriedades fluidodinâmicas e físicas em leito fluidizado constituídos de partículas adequadas para utilização em processos de encapsulação. Açúcar cristal, pellets de açúcar, celulose microcristalina, arroz e farinha de mandioca foram utilizados nos testes, indicando que as amostras apresentam características físico-químicas adequadas e bom comportamento fluidodinâmico, ideais para serem empregadas como material de recheio no processo de encapsulação em leito fluidizado.

### ***3.1.3 Materiais de parede***

A escolha do material de parede constitui um fator determinante na eficiência da encapsulação. Deve-se levar em conta diversas características a fim de se obter uma matriz ideal, como possuir boas propriedades reológicas a altas concentrações, facilidade de manuseio durante a encapsulação, habilidade de dispersar, emulsificar o material ativo e estabilizar a emulsão obtida, não reagir com o material encapsulado, proporcionar máxima proteção do ativo, apresentar baixo custo, dentre outros (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012; SARTORI, 2016).

Os materiais de parede podem ser produzidos por moléculas de polissacarídeos, de proteínas, de moléculas lipídicas ou pela combinação de dois ou mais desses componentes. Os carboidratos são os mais utilizados devido a sua ampla disponibilidade e baixo custo. Além disso, a sua capacidade para formar soluções de baixa viscosidade com maior concentração de sólidos e boas características de solubilidade, torna-os superiores entre os agentes de encapsulação (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015). As proteínas possuem propriedades anfífilas, alto peso molecular e alta flexibilidade na sua cadeia, com a capacidade de se auto associar e interagir com diferentes tipos de substâncias, sendo bastante utilizada como material de parede na elaboração de partículas. Os lipídios, por sua vez, possuem lugar de destaque devido à sua capacidade em retardar a liberação de compostos bioativos em ambientes úmidos (ABBAS, 2012; SARTORI *et al.*, 2016) devido ao seu caráter hidrofóbico.

Os materiais de parede à base de lipídios são adições recentes no campo da encapsulação alimentar. O processo de encapsulação de componentes ativos em sistemas lipídicos é conhecido como tecnologia de lipossomas (ANANDHARAMAKRISHNAN, 2015). Lipossomos são estruturas constituídas por bicamadas lipídicas fechadas e contínuas, sendo capazes de formar cápsulas e aprisionar partículas.

### 3.1.3.1 Lipídeos como material de parede

Os lipídios são definidos como moléculas orgânicas apolares insolúveis em água e solúveis em solventes orgânicos. Quimicamente são ésteres formados a partir de ácidos graxos, incluindo as ceras as quais são constituídas de ácidos graxos e álcoois de cadeia longa.

Os ácidos graxos (AG) que constituem a molécula lipídica podem apresentar-se de forma saturada ou insaturada. Os AG saturados possuem uma conformação linear e flexível devido as suas ligações simples, fazendo com que as moléculas fiquem próximas umas às outras, havendo maior interação. Os lipídios que possuem esses AG são geralmente denominados de gorduras por se apresentarem na forma sólida à temperatura ambiente. Os AG insaturados, por possuírem cadeias com ligações duplas, possuem dobramentos rígidos, não permitindo um empacotamento eficiente das moléculas. Em virtude disso, esses lipídios são denominados de óleos, apresentando-se na fase líquida à temperatura ambiente e, conseqüentemente, possuem menor ponto de fusão do que as gorduras. A Tabela 1 mostra alguns lipídios e suas características (SARTORI *et al.*, 2016).

Tabela 1- Características dos ácidos graxos comuns

Nome	Nº de carbonos	Duplas ligações	Fórmula Condensada	Ponto de fusão (°C)
Láurico	12	0	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>10</sub> COOH	44
Mirístico	14	0	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>12</sub> COOH	58
Palmítico	16	0	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>14</sub> COOH	63
Esteárico	18	0	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>16</sub> COOH	70
Oléico	18	1	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> CH=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH ( <i>cis</i> )	13
Linoléico	18	2	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH=CHCH <sub>2</sub> CH=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH ( <i>todas cis</i> ) CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH=CHCH <sub>2</sub> CH=CHCH <sub>2</sub> CH=CH(CH <sub>2</sub> ) <sub>7</sub> COOH	-5
Linolênico	18	3	( <i>todas cis</i> )	-11
Araquidônico	20	4	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> (CH=CHCH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> COOH ( <i>todas cis</i> )	-50

Fonte: Mc Murry *et al.* (2010)

Lipídios como fosfolipídios, triacilgliceróis, ceras, ácidos graxos ou suas misturas podem ser usados como material de parede para a produção de partículas sólidas (SARTORI, 2016). Deve-se levar em consideração suas propriedades físicas (sólidas ou líquidas à temperatura ambiente), sua polaridade (polar ou apolar) e sua estrutura (simples, complexos ou derivados) (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012). Além dessas características, as partículas formadas são influenciadas pelo tipo e concentração dos surfactantes hidrofílicos e

lipofílicos, pela escolha do método utilizado para sua formação e pela concentração do material de recheio (SOUTO *et al.*, 2011; NORONHA, 2014).

O polimorfismo é uma das propriedades dos lipídios que consiste na capacidade da molécula de obter mais de uma forma cristalina. Essa propriedade faz com que os lipídios possuam uma baixa eficiência de encapsulação, podendo expulsar o material de recheio durante o armazenamento (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012; SARTORI, 2016). Devido a essa e outras propriedades dos lipídios que prejudicam a formação das partículas, foram realizadas novas formulações de partículas lipídicas, chamados carreadores lipídicos nanoestruturados (NLC). Os NLCs são compostos por lipídios sólidos e líquidos, que são incompatíveis em relação ao tamanho de cadeia e a insaturação dos ácidos graxos que os compõem, causando imperfeições na sua forma e consequentemente melhorando a capacidade de encapsulação do recheio e as suas propriedades de liberação do material encapsulado.

Os NLCs são caracterizados por 3 tipos: o primeiro tipo possui a finalidade apenas de aumentar a imperfeição da cápsula, sendo constituído de lipídios sólidos e uma pequena quantidade de lipídios líquidos; o segundo tipo é constituído por uma maior quantidade de lipídios líquidos, melhorando as propriedades de liberação do recheio e a sua maior solubilidade, além da melhora na formação da partícula e o terceiro e último tipo consiste de uma mistura especial de lipídios, onde o lipídeo sólido possui nanocompartimentos de lipídios líquidos, a fim de evitar a cristalização durante o resfriamento (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012).

Muitos métodos de formação de NLC são apontados na literatura, como microemulsificação, emulsificação e evaporação de solvente, difusão de solvente, homogeneização à alta pressão, entre outros. Entretanto, o método mais viável para uma produção em larga escala é o método de homogeneização à alta pressão (NORONHA, 2014). Esta técnica pode ser realizada de duas formas: à frio ou à quente. Em ambas as técnicas, o material de recheio é misturado ao lipídeo fundido em uma temperatura entre 5 a 10°C acima do seu ponto de fusão. Na homogeneização à quente, o recheio é disperso na mesma temperatura da matriz, sendo homogeneizado em homogeneizador de pistão e posteriormente resfriado à temperatura ambiente. No método à frio, o lipídeo fundido contendo o recheio é resfriado e adicionado do emulsificante frio, sendo posteriormente homogeneizado à frio, necessitando de refrigeração no processo pois a cada ciclo homogeneização ocorre o aumento de temperatura (RIBEIRO, ARELLANO E GROSSO, 2012).

Diversos trabalhos mostram a eficiência da utilização de lipídios na formulação de

partículas. Sartori (2016) produziu micropartículas com misturas de ácidos graxos láurico e oleico como material de parede e ácido ascórbico como material de recheio, observando altos valores de eficiência de encapsulação total e taxas satisfatórias de liberação do recheio (37% em 2 horas). Fernandez (2014) mostrou a eficiência da encapsulação lipídica pelo uso de lipídios sólidos e líquidos (cera de carnaúba, ácido linolênico e ácido oleico; lecitina de soja-surfactante) como matriz e solução de glicose e glicose sólida como materiais de recheio pela técnica de *spray chilling*. Pedroso (2012) encapsulou *B. lactis* e *L. acidophilus* em gordura interesterificada de palma e amêndoa de palma, mostrando-se eficientes na proteção dos probióticos ao fluido gástrico simulado e ao fluido intestinal simulado e apresentando-se estáveis em 90 dias de armazenamento refrigerado.

### **3.1.4 Materiais de recheio**

Existem diversos materiais que podem ser encapsulados, como ácidos, bases, óleos, sais, vitaminas, gases, aminoácidos, essências, corantes, antioxidantes, preservantes e micro-organismos (FERNANDEZ, 2014). Dentre esses materiais, destacam-se os compostos bioativos (antioxidantes, minerais, vitaminas, carotenoides, fitoesteróis, etc). Eles são beneficiados na técnica de encapsulação, uma vez que retarda o processo de degradação até o produto ser ativo no local desejado. Além disso, a encapsulação desses compostos pode proporcionar barreiras entre o recheio e o ambiente e, assim, permitir a diferenciação do sabor e aroma, mascarar o cheiro característico, estabilizá-los e aumentar sua biodisponibilidade (NEDOVIC *et al.*, 2011).

#### **3.1.4.1 Antioxidantes**

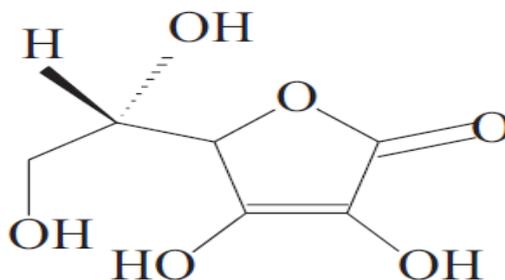
Os antioxidantes são substâncias capazes de retardar a oxidação de moléculas, podendo ser classificados como primários, secundários ou de múltipla ação. Os antioxidantes primários têm a capacidade de se ligar com radicais livres, interrompendo ou atrasando a etapa de iniciação ou interrompendo a etapa de propagação da oxidação. Os secundários agem de diversas formas possíveis, diminuindo a oxidação, mas não transformam radicais livres em produtos mais estáveis. Eles podem ser obtidos de forma natural, como os tocoferóis, os tocotrienóis, o ácido ascórbico, o ácido cítrico, os carotenoides e os antioxidantes enzimáticos, ou de forma sintética como o butilhidroxianisol (BHA), o butilhidroxitolueno

(BHT), a tec-butil-hidroquinona (TBHQ), o palmitato de ascorbil, o galato de propila (GP) e a etoxiquina (SARTORI, 2016). Por se tratarem de compostos instáveis, a encapsulação apresenta-se como uma alternativa viável capaz de manter sua atividade em um maior período de tempo devido à liberação controlada do ativo.

#### 3.1.4.2 Ácido ascórbico como material de recheio

O ácido ascórbico é um composto bioativo utilizado como aditivo alimentar sendo capaz de proteger as qualidades sensoriais e nutritivas dos alimentos. A sua utilização como antioxidante se deve a sua capacidade de doar átomos de hidrogênio, neutralizando radicais livres (SARTORI, 2016). Trata-se de um composto totalmente seguro para o ser humano, além de ser barato e bem aceito pelos consumidores, podendo aumentar teor de vitamina C nos alimentos (FONTES, 2009). De acordo com a IUPAC, o ácido ascórbico (ou vitamina C) é também chamado de 3-oxo-L-gulofuranolactona. A Figura 6 mostra a estrutura química da molécula da vitamina C (DE SOUZA *et al.*, 2015).

Figura 5- Estrutura do ácido L-ascórbico



Fonte: De Souza *et al.* (2015).

O ácido ascórbico é bastante utilizado em frutas, hortaliças e sucos, prevenindo o escurecimento enzimático e outras reações oxidativas. Ele atua sequestrando o cobre, grupo prostético da polifenoloxidase, reduzindo quinonas de volta a fenóis, antes de formarem pigmentos escuros (FONTES, 2009).

A vitamina C possui a desvantagem de ser uma molécula bastante instável, perdendo sua função em condições adversas de temperatura, pH e luz. A sua alta solubilidade em água e sua capacidade de interação com ingredientes dos alimentos que a contem podem provocar alterações indesejáveis na cor e no sabor do alimento (CHANG *et al.*, 2010; SARTORI, 2016). Por estas razões, a encapsulação desse composto se faz necessária na manutenção da sua atividade e na sua maior aplicabilidade. A encapsulação da vitamina C, além de favorecer

a redução da sua degradação durante o processamento e armazenamento, também evita sua interação com outros componentes do alimento, bem como minimiza seu gosto ácido e propicia uma liberação controlada do ativo (DE MATOS-JR et. al, 2017).

Diversos estudos foram realizados com o intuito de encapsular o ácido ascórbico de forma mais eficiente. De Matos-Jr (2017) descreve um histórico das tentativas de encapsulação desse composto. Materiais de parede compostos por amido de arroz e goma arábica (TRINDADE E GROSSO, 2000), maltodextrina e Capsul (FINOTELLI E ROCHA-LEÃO, 2005), concentrado proteico de ervilha (PIERUCCI *et al.*,2006) e monoesterato de poliglicerol foram alguns utilizados visando a estabilidade do material de recheio. Esses estudos mostram que a eficiência de encapsulação e a velocidade de liberação do recheio está diretamente relacionado ao material de parede utilizado. A utilização de material lipídico na encapsulação de materiais hidrofílicos, como o ácido ascórbico, promove uma maior proteção do ativo, tendo em vista que os materiais possuem diferentes solubilidades, fazendo com que sua liberação se dê de forma mais lenta e, conseqüentemente, aumentando seu tempo de ação no alimento.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Material

Ácido ascórbico (Sigma-Aldrich®), óleo de soja totalmente hidrogenado (A. Azevedo Óleos -Itupeva- SP), óleo de soja refinado (Soya- comércio local) e lecitina de soja em pó foram utilizados como matéria-prima para elaboração das partículas. Todos os reagentes utilizados nas análises posteriores foram de grau analítico.

### 4.2 Métodos

#### 4.2.1 *Preparo da emulsão*

Primeiramente, o tamanho dos cristais de ácido ascórbico (AA) foi reduzido por moagem em almofariz e posterior peneiramento (170 Mesh), a fim de melhorar sua dispersão nos solventes e para que não houvesse o entupimento do bico atomizador durante o processamento das partículas. A solução aquosa de AA 25% foi escolhida no intuito de garantir uma total solubilidade dos cristais na água, tendo em vista que a solubilidade do AA em solução aquosa é de 30g/L.

A mistura de lipídios foi aquecida a  $80^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ , pois nessa temperatura ocorre a total fusão do óleo de soja totalmente hidrogenado (OSTH) sem alteração de suas propriedades, visando também a manutenção da atividade do AA por não está sujeito a aquecimento excessivo. Foi mantida a mistura sob agitação e temperatura constante em agitador magnético, sendo posteriormente adicionados a lecitina de soja em pó (12mg/g de OSTH) e a solução de AA. A emulsão foi agitada em ultraturrax (IKA®) a 7200 rpm por 90 segundos. Os parâmetros utilizados foram de acordo com metodologia proposta por De Matos-Jr *et al.* (2017).

#### 4.2.2 *Elaboração das partículas lipídicas*

Após a homogeneização, a emulsão foi imediatamente atomizada em leito fluidizado (LabMaq FBD 3.0). O ar de fluidização de  $1,9 \text{ m}^3/\text{min}$ , a vazão de ar comprimido de  $50\text{L}/\text{min}$  e a mistura alimentada no mesmo sentido do ar de fluidização foram os

parâmetros utilizados para a formação das partículas. A temperatura de operação de 25°C foi decorrente da temperatura ambiente, onde a função de aquecimento do equipamento permaneceu desligada durante todo o processo. O bombeamento da amostra foi feito em bomba peristáltica em velocidade de 120 rpm. A amostra foi continuamente aquecida, assim como a mangueira e os bicos, utilizando soprador térmico (Black and Decker®) até o final da operação, a fim de não ocorrer o resfriamento e a consequente solidificação da amostra e entupimento das peças do equipamento. As partículas formadas foram armazenadas em sacos de alumínio, fechadas à vácuo e mantidas sob refrigeração (10±5°C) até a realização das análises.

#### 4.2.3 Planejamento experimental

Os ensaios estudados foram elaborados através de um Delineamento Composto Central Rotacional (DCCR) 2<sup>2</sup> fatorial composto por 4 pontos axiais e 2 repetições do ponto central para estimativa do erro padrão. Utilizou-se como variáveis independentes a relação entre o óleo de soja totalmente hidrogenado e óleo de soja refinado (OSTH/OS) e a solução de AA (TABELA 2).

Tabela 2- Níveis das variáveis independentes obtido por DCCR.

Variáveis independentes	Níveis				
	-1,41	-1	0	1	1,41
OSTH/OS (m/m) <sup>1</sup> -X <sub>1</sub>	2,7	3	4	5,67	6,72
Solução AA (%) <sup>2</sup> -X <sub>2</sub>	4,36	7,36	14,68	22	25

<sup>1</sup>Proporção em massa de OSTH/OS na mistura (lipídio sólido/lipídio líquido); <sup>2</sup>Proporção da solução de AA na mistura (lipídio líquido, sólido e AA); OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: Óleo de soja; AA: ácido ascórbico.

Foi definido um valor fixo de 100 gramas para a elaboração da emulsão de cada formulação de partículas (TABELA 3). A quantidade de lecitina de soja não interferiu no somatório da composição centesimal devido a sua quantidade ser bastante reduzida em relação as demais matérias-primas.

Tabela 3- Composição centesimal das matérias-primas utilizadas na elaboração das partículas.

Matérias-primas	Níveis do planejamento				
	-1,41	-1	0	1	1,41
<b>OSTH (g)</b>	69,80	69,48	68,26	66,31	65,28
<b>OS (g)</b>	25,84	23,16	17,06	11,69	9,72
<b>Solução AA 25% (g)</b>	4,36	7,36	14,68	22,00	25,00
<b>Lecitina de soja (g)<sup>1</sup></b>	0,83	0,83	0,82	0,79	0,78

<sup>1</sup> Valor não incluído no somatório das matérias-primas. OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: Óleo de soja; AA: ácido ascórbico.

Fonte: elaborada pela autora.

A partir das concentrações propostas no planejamento experimental, foram produzidos 10 ensaios para elaboração das partículas lipídicas adicionadas de AA (TABELA 4).

Tabela 4- Ensaios para elaboração de partículas lipídicas adicionadas de AA.

Ensaios	OSTH/OS (m/m)	Solução de AA (%)
F1	5,67	22
F2	3	22
F3	5,67	7,36
F4	3	7,36
F5	4	14,68
F6	4	14,68
F7	2,7	14,68
F8	6,72	14,68
F9	4	4,36
F10	4	25

OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: Óleo de soja; AA: ácido ascórbico.

Fonte: elaborada pela autora

Como variáveis resposta foram utilizados os valores do rendimento global, eficiência de encapsulação, diâmetro médio das partículas e potencial Zeta, sendo verificados os efeitos referentes às concentrações utilizadas no planejamento experimental e apresentadas seus respectivos gráficos de superfície de resposta quando esses efeitos se mostraram significativos ( $p > 0,1$ ). Além das análises referentes às variáveis resposta do planejamento experimental, foram também realizadas análises de morfologia das partículas e FTIR.

#### **4.2.4 Rendimento global**

O rendimento global do processo foi calculado pela razão entre a massa de amostra coletada ( $M_c$ ) em todo o equipamento e pela massa inicial da emulsão ( $M_i$ ), de acordo com a Equação 1.

$$\text{Rendimento global (\%)} = (M_c/M_i) * 100 \quad \text{Equação 1}$$

#### **4.2.5 Ácido ascórbico total (AA total)**

Foram pesados aproximadamente 180 mg de amostra em um tubo de ensaio e adicionados 10 mL de clorofórmio. As amostras foram misturadas em um agitador de tubos tipo vórtex (Phoenix Luferco AP56- Araraquara-SP) por 10 segundos com pausa de 10 minutos, duas vezes. Em seguida foram acrescentados 10 mL de água destilada em cada tubo, sendo agitados por 1 minuto com pausa de 10 minutos, repetindo este passo por mais duas vezes. As amostras foram então centrifugadas (Beckman Coulter Allegra 25-R-São Bernardo do Campo-SP) a 10.000 rpm por 10 minutos e o sobrenadante foi analisado em relação ao conteúdo de ácido ascórbico, utilizando método espectrofotométrico de acordo com metodologia proposta por Pearson (1976). Os resultados foram expressos em mg/100mL de amostra.

Para a obtenção do AA total, foi calculada a razão entre o conteúdo de ácido ascórbico definido na análise (AA análise) e a concentração de AA que foi adicionada à emulsão na formulação das partículas (AA teórica), ambos em mg/100mL, de acordo com a Equação 2.

$$\text{AA total (\%)} = (\text{AA análise} / \text{AA teórica}) * 100 \quad \text{Equação 2}$$

#### **4.2.6 Ácido ascórbico superficial (AA superficial)**

Foram pesados aproximadamente 250 mg da amostra em tubos de ensaio adicionado de 10 mL de solução de Tween 80 (Dinâmica, Diadema- SP) a 0,1%, sendo agitadas por 5 minutos em Vortex (Labnet VX-200) e posteriormente filtradas em papel de filtro qualitativo (Unifil). Foi determinada a quantidade de vitamina C do filtrado através de análise espectrofotométrica proposta pela metodologia de Pearson (1976), sendo os resultados expressos em mg/100mL de amostra.

Para a obtenção do AA superficial, assim como o AA total, foi calculada a razão entre o conteúdo de ácido ascórbico definido na análise (AA análise) e a concentração de AA que foi adicionada à emulsão na formulação das partículas (AA teórica), ambos em mg/100mL, de acordo com a Equação 3.

$$\text{AA superficial (\%)} = \text{AA análise/AA teórica} * 100 \quad \text{Equação 3}$$

#### ***4.2.7 Eficiência de encapsulação efetiva (EE efetiva)***

A EE efetiva foi calculada através da diferença entre o AA total e o AA superficial, detalhadas nos itens 4.2.5 e 4.2.6, respectivamente, de acordo com a Equação 4.

$$\text{EE efetiva (\%)} = \text{AA total} - \text{AA superficial} \quad \text{Equação 4}$$

#### ***4.2.8 Diâmetro médio e Potencial zeta***

A determinação do diâmetro médio de partículas foi feita por espectroscopia de correlação de fótons (GOMES, 2011) e seu potencial Zeta através de medidas de mobilidade eletroforética a 25 °C. Ambas as análises foram realizadas utilizando o equipamento ZetaPlus (Brook haven Instruments Company, EUA). As amostras foram previamente preparadas pesando-se aproximadamente 50 mg de partícula e adicionada 10 mL de água miliQ, sendo posteriormente homogeneizada em ultrassom (Unique) em 80% de potência por 2 minutos. Os resultados foram analisados estatisticamente por análise de variância.

#### ***4.2.9 Microscopia eletrônica de varredura***

A morfologia das partículas foi analisada através do equipamento de microscopia eletrônica de varredura (Modelo Inspect S50 da marca FEI), sendo as amostras previamente montadas com fita de carbono em suporte de aço e recobertas com ouro para a realização da análise. Foram analisadas imagens com aumento de 2000x, sendo avaliadas quanto às suas características físicas visíveis.

#### ***4.2.10 Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FT-IR)***

Primeiramente foram pesados cerca de 200 µg de amostra, misturada e prensada junto com 250 mg de brometo de potássio anidro (KBr) até formar uma pastilha translúcida. Os espectros FT-IR foram analisados entre 4000 a 400 cm<sup>-1</sup>, em uma resolução de 4 cm<sup>-1</sup>, através de um FT-IR espectrômetro (Varian 660-IR). Os espectros foram apresentados na forma de transmitância (%) x número de onda (cm<sup>-1</sup>). A análise permitiu identificar frequências características das ligações químicas das amostras pesquisadas.

#### ***4.2.11 Análise estatística***

Os resultados foram avaliados estatisticamente por teste de variância através do software STATISTICA 16.1®. Foram consideradas significativas as diferenças entre as médias no intervalo de 90 % de confiança (p<0,10).

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O rendimento global do processo de elaboração das partículas lipídicas proposto no planejamento experimental está apresentado na Tabela 5.

Tabela 5- Rendimento obtido no processo de elaboração das partículas lipídicas adicionadas de ácido ascórbico de acordo com o planejamento experimental

Ensaio	OSTH/OS (m/m)	Solução de AA (%)	Rendimento global (%)
F1	5,67	22	71,81
F2	3	22	70,48
F3	5,67	7,36	62,20
F4	3	7,36	60,28
F5	4	14,68	67,06
F6	4	14,68	63,63
F7	6,72	14,68	65,37
F8	4	14,68	66,13
F9	4	4,36	66,86
F10	5,67	25	72,04

OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: óleo de soja; AA: ácido ascórbico  
Fonte: elaborada pela autora.

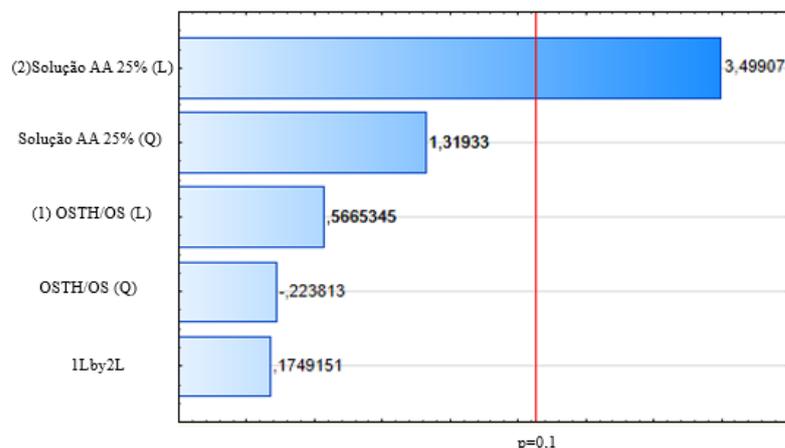
As partículas apresentaram rendimentos entre 60,28% e 72,04%, sendo maiores nas formulações F1 (71,81%), F2 (70,48%) e F10 (72,04%). Sartori *et al.* (2015) formularam partículas lipídicas carreadoras de ácido ascórbico por *spray chilling* com rendimento variando entre 62 e 72,1%, valores semelhantes a esse estudo. De Matos *et al.* (2017) também formulou ácido ascórbico encapsulado em matriz lipídica, apresentando rendimento entre 81,4% e 84,4%. De acordo com os valores da literatura, foi possível elaborar partículas lipídicas com rendimento semelhante às formuladas por *spray chilling*, com a vantagem da não utilização de temperatura de refrigeração no processamento.

O rendimento pode sofrer alterações em função dos parâmetros do processo e das propriedades da emulsão atomizada, além da adesão do material nas vidrarias e nos equipamentos no momento da elaboração e na suspensão de partículas muito pequenas no ar, podendo ser perdidas na contabilização (FERNANDEZ, 2014). Os parâmetros do processo se mantiveram constantes em todas as formulações estudadas, não colaborando com a variação dos valores de rendimentos obtidos. Já as outras variáveis mencionadas, provavelmente, podem ter contribuído na perda de material no momento da atomização, levando aos

rendimentos apresentados.

A Figura 6 apresenta o diagrama de pareto do rendimento dos ensaios estudados, no qual indica estatisticamente a influência do material ativo sob a variável resposta estudada.

Figura 6- Diagrama de pareto do rendimento no encapsulamento da solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.



AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado; L: Linear; Q: quadrático. Fonte: Programa Statistica 13.2 (2018)

Apenas o termo linear da variável AA foi estatisticamente significativo a 90% de confiança (FIGURA 6), sendo os demais termos incorporados à falta de ajuste para o cálculo da análise de variância, apresentado na Tabela 6.

Tabela 6- Análise de variância do rendimento no encapsulamento de solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.

FONTES DE VARIACÃO	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado</sub>	R <sup>2</sup> (%)
<b>Regressão</b>	91,02	1	91,02	14,31	3,46	0,64
<b>Resíduo</b>	50,9	8	6,36			
<b>Falta de Ajuste</b>	45,02	7	6,43	1,09	58,91	
<b>Erro puro</b>	5,882	1	5,89			
<b>Total</b>	141,92	9				

AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado. Fonte: elaborada pela autora

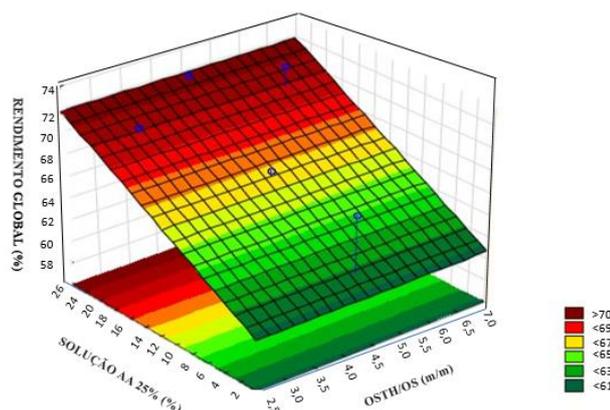
Os valores apresentados no teste F (F<sub>calculado</sub> 4 vezes maior que o F<sub>tabelado</sub>) bem como a variação explicada (R<sup>2</sup>= 0,64) indicaram que o modelo obtido foi adequado para explicar o processo estudado (RODRIGUES & IEMMA, 2005). Dessa forma, o rendimento pode ser predito pela quantidade de solução de AA através da Equação 5 proposta no gráfico da superfície de resposta, apresentada na Figura 7.

$$R (\%) = 59,7831 + 0,46337 AA$$

Equação 5

Onde R representa o rendimento global.

Figura 7 - Superfície de resposta do rendimento dos ensaios com variação da concentração das misturas de OSTH/OS e solução de AA.



AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado  
Fonte: Programa Statistica 13.2 (2018)

Segundo a equação matemática do gráfico de superfície de resposta (Equação 5), o maior rendimento situou-se na área de maior concentração de solução de AA. Esse aumento pode estar relacionado com a maior quantidade de AA presente na formulação, tendo em vista que quanto maior o volume de solução adicionada na emulsão, maior a quantidade de cristais de AA presente no sistema. A variação da mistura de lipídios, por sua vez, não alterou no rendimento final do processo, não influenciando na variável resposta estudada. Como o comportamento do rendimento está geralmente associado a parâmetros do processo, esse se mantendo constante em todas as formulações estudadas, a concentração das matérias-primas não gerou grande influência nessa variável, relacionando o seu aumento apenas pelo acréscimo de conteúdo de sólidos na emulsão aspergida à temperatura ambiente.

## 5.2 Eficiência de encapsulação do ácido ascórbico

Os resultados de ácido ascórbico superficial (AA superficial), ácido ascórbico total (AA total) e eficiência de encapsulação efetiva (EE efetiva) relacionadas com as variáveis independentes OSTH/OS estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7- AA superficial, AA total e EE efetiva obtidos no processo de elaboração das partículas lipídicas adicionadas de AA com o planejamento experimental.

Ensaio	OSTH/OS (m/m)	Solução de AA (%)	AA superficial (%)	AA total (%)	EE efetiva (%)
F1	5,67	22	26,02	52,27	27,21
F2	3	22	25,06	56,61	23,75
F3	5,67	7,36	32,87	57,32	28,54
F4	3	7,36	28,79	74,04	39,65
F5	4	14,68	34,39	74,97	40,51
F6	4	14,68	34,47	74,53	40,1
F7	6,72	14,68	33,95	74,73	40,3
F8	4	14,68	34,44	55,55	33,11
F9	4	4,36	22,45	51,63	27,6
F10	5,67	25	24,04	52,27	27,21

OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: óleo de soja; AA: ácido ascórbico; EE: eficiência de encapsulação. Fonte: elaborada pela autora.

Levando em consideração o tempo entre o processamento das partículas e a realização das análises (90 dias, aproximadamente), os valores de EE efetiva são considerados satisfatórios (23,75% a 40,51%), mostrando que a mistura dos lipídios utilizados foi capaz de proteger o composto ativo por um período considerável. Os valores encontrados na literatura são maiores que os obtidos nesse estudo, variando entre 62% a 88% (SARTORI *et al.*, 2015; ALVIM *et al.*, 2016; DE MATOS- JR *et al.*, 2017). Entretanto, se considerarmos que a análise dos estudos encontrados na literatura provavelmente tenha sido feita logo após a obtenção das partículas, podemos dizer que a partícula obtida em leite fluidizado à temperatura ambiente conseguiu reter o composto ativo mesmo após 3 meses de armazenamento refrigerado, apresentando valores bem próximos aos encontrados.

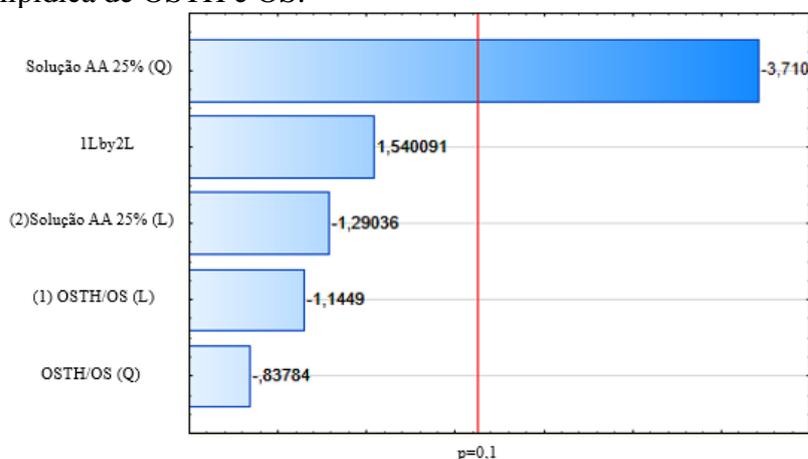
Sartori *et al.* (2015) e Alvim *et al.* (2016) obtiveram EE efetiva na faixa de 84% e 97,8%, respectivamente. Ambos utilizaram temperaturas de refrigeração na obtenção das partículas. No estudo de estabilidade do AA presente na partícula lipídica, Matos-Jr *et al.* (2017) observou que as partículas armazenadas por 30 dias a 7°C possuíam valores de AA de apenas 10 % do valor inicial, indicando que um maior tempo de armazenamento, mesmo que em baixas temperaturas, altera a concentração de AA disponível, diminuindo assim os valores de EE efetiva.

Observou-se uma alta concentração de AA na superfície da partícula em todos os

ensaios estudados, apresentando maiores valores nas formulações com maior concentração da solução de AA (33,95% 34,44%- F5 a F8). Esses valores podem ser provenientes da perda de material no momento da formulação da solução de AA e da estabilidade da emulsão formada, fazendo com que a maior quantidade de solução gerasse influência na capacidade de retenção do material ativo na partícula.

A variação da concentração de lipídios líquidos e sólidos geralmente tem influência sobre a eficiência de encapsulação. A maior quantidade de lipídio líquido presente na mistura gera uma desordem na estrutura da partícula, resultando em um espaço maior para a acomodação do material ativo, fazendo com que ele permaneça retido no interior da partícula e conseqüentemente diminuindo a sua concentração na superfície (FERNANDEZ, 2014). A quantidade de lipídio líquido utilizado nas formulações não foi suficiente para exercer influência sobre a eficiência de encapsulação, tendo em vista que apenas a concentração de AA teve valores significativos para a modificação do parâmetro estudado, como apresentado na Figura 8.

Figura 8-Diagrama de pareto da EE efetiva no encapsulamento de solução de AA em mistura lipídica de OSTH e OS.



AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado; L: Linear; Q: quadrático. Fonte: Programa Statistica 13.2 (2018)

Como o modelo gerado por cada variável dependente estudada (AA superficial, AA total e EE efetiva), se comportou de forma semelhante, foram analisados apenas os gráficos de EE efetiva dos ensaios estudados, sendo apresentados a superfície de resposta do AA superficial e AA total para fins de consulta (FIGURA 10).

O termo quadrático da solução de AA foi o único que exerceu influência na

concentração de EE efetiva das partículas, sendo esta utilizada no cálculo da análise de variância e na equação do gráfico de superfície de resposta, apresentadas na Tabela 7 e Figura 9, respectivamente.

Tabela 8- Análise de variância da EE efetiva no encapsulamento de solução de AA em mistura lipídica de OSTH/OS.

FONTES DE VARIACÃO	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	F <sub>calculado</sub>	F <sub>tabelado</sub>	R <sup>2</sup> (%)
Regressão	219.28	1	219.28	9.42	3,36	0,55
Resíduo	186.31	8	23,29			
Falta Aj.	186.23	7	26,6	31,50	9,35	
Erro puro	0,084	1	0,084			
Total	405.59	9				

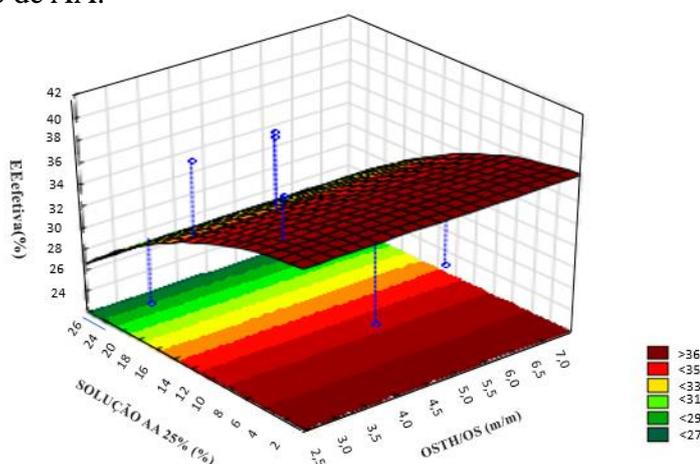
AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado. Fonte: elaborada pela autora

Dessa forma, a EE efetiva pode ser predita pela quantidade de solução de AA através da Equação 6 proposta no gráfico da superfície de resposta, apresentada na Figura 10.

$$EE \text{ efetiva (\%)} = 36,57 - 0,146 AA^2$$

**Equação 6**

Figura 9 - Superfície de resposta da EE efetiva dos ensaios com variação da concentração OSTH/OS e solução de AA.



AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado  
Fonte: Programa Statistica 13.2 (2018)

De acordo com o modelo matemático, a maior concentração de EE efetiva encontrou-se na faixa de menor valor de solução de AA presente no planejamento. A presença de água na emulsão possivelmente pode ter prejudicado a capacidade de retenção do material de recheio pela mistura de lipídios, mesmo com a adição da lecitina de soja para a formação

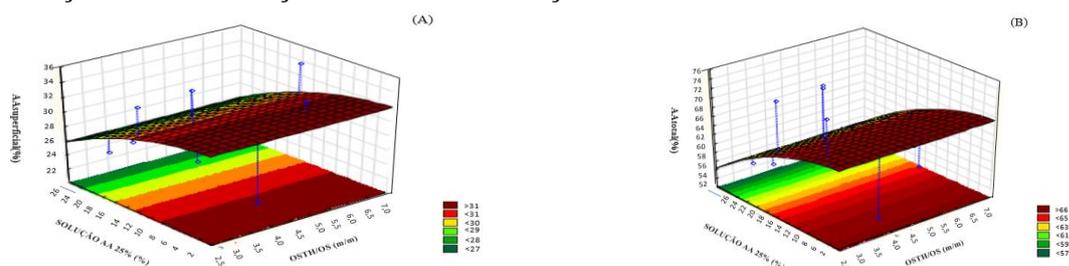
das micelas. O tamanho reduzido das partículas também pode ter contribuído com esses valores, pois quanto maior a superfície de contato das partículas, maior a migração do material ativo para a superfície, reduzindo assim os valores de EE efetiva das partículas.

Fernandez (2014) encapsulou glicose em mistura de cera de carnaúba, ácido oleico e ácido linolênico e obteve resultados de EE efetiva mais satisfatórios quanto o material encapsulado estava em suspensão nos lipídios (65,57%), apresentando valores menores quando utilizado solução de glicose na formulação das partículas (51,78%), com a justificativa de que o material na forma pura foi adicionado em quantidades maiores que a solução de glicose. Matos *et al.* (2017) comparou a EE efetiva de ácido ascórbico encapsulado tanto em solução como em suspensão em mistura de óleo de palma e seu derivado hidrogenado, apresentando valores maiores quando o material ativo foi adicionado puro (71%) do que na forma de solução (59,2%), argumentando que as partículas adicionadas de ácido ascórbico puro apresentaram tamanhos menores, fazendo com que a área de superfície fosse maior e o material ativo migrasse pra superfície, diminuindo o valor da EE efetiva.

A adição de uma maior quantidade de emulsificante para que haja uma maior interação dos materiais presentes na emulsão e uma proporção adequada de lipídios líquidos e sólidos que favoreça a retenção do material de recheio da partícula, diminuindo sua migração à superfície da mesma, são algumas alternativas que podem melhorar ainda mais os valores de EE efetiva, otimizando o processo de obtenção das partículas à temperatura ambiente, já que os valores obtidos são semelhantes aos estudos de partículas lipídicas elaboradas em *spray chilling*.

A Figura 10 apresenta as superfícies de resposta de AA superficial e AA total, bem como seus respectivos modelos matemáticos. Como dito anteriormente, o comportamento dos gráficos dessas variáveis é semelhante ao apresentado pela EE efetiva, já que através do resultado delas é feito o cálculo de EE efetiva.

Figura 10 - Superfície de resposta do AA superficial (A) e AA total (B) dos ensaios com variação da concentração OSTH/OS e solução de AA



AA: Ácido ascórbico; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado. Fonte: Programa Statistica 13.2 (2018).

### 5.3 Diâmetro médio das partículas lipídicas

A Tabela 9 apresenta o planejamento experimental proposto do diâmetro médio das partículas lipídicas nos ensaios estudados.

Tabela 9- Valores de diâmetro médio obtidos no processo de elaboração das partículas lipídicas com o planejamento experimental.

Ensaio	OSTH/OS (m/m)	Solução AA (%)	Diâmetro médio ( $\mu\text{m}$ )
F1	5,67	22	0,4818
F2	3	22	0,5384
F3	5,67	7,36	0,30479
F4	3	7,36	0,40588
F5	4	14,68	0,42777
F6	4	14,68	0,36379
F7	6,72	14,68	0,32009
F8	4	14,68	0,37639
F9	4	4,36	0,48938
F10	5,67	25	0,43521

OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: óleo de soja; AA: Ácido Ascórbico/ Fonte: elaborado pela autora.

A distribuição de tamanho das partículas é um fator importante na avaliação da estabilidade e no controle da liberação do composto encapsulado, observando-se que quanto menor o seu tamanho maior a superfície de contato e conseqüentemente mais rápida será a liberação do ativo (NOSARI, 2012). Esse parâmetro pode ser influenciado pelas condições do processo, como o tamanho do orifício do bico atomizador, taxa de fluxo de ar, temperatura e viscosidade da emulsão, bem como a relação entre os mesmos (MUKAI-CORRÊA et. al., 2004; ONAL & LANGDON, 2005; RIBEIRO, 2010).

Tendo em vista que os parâmetros do processo de todas as formulações estudadas se mantiveram constantes, as concentrações estudadas não foram capazes de alterar significativamente o diâmetro médio das partículas, não sendo possíveis de ser explicados através do planejamento experimental.

Guney *et al.* (2014) em seu estudo de encapsulação de AA em mistura de lipídios para aplicação em células cancerígenas obtiveram resultados semelhantes, com valores entre 0,21 $\mu\text{m}$  e 0,63 $\mu\text{m}$ . De Matos-Jr *et al.* (2017) e Sartori *et al.* (2016), obtiveram microcápsulas adicionadas de AA em *spray chilling* com tamanhos entre 72 a 76 $\mu\text{m}$  e 23 $\mu\text{m}$  a 67 $\mu\text{m}$ , respectivamente. A metodologia de obtenção destes resultados pode ter influenciado na diferença entre esses últimos resultados mencionados e os apresentados nesse estudo, os quais

utilizaram microscópio ótico e nesse estudo foi utilizado o equipamento Zetaplus. Além da metodologia, o equipamento utilizado para a formulação das partículas provavelmente também influenciou nos resultados obtidos.

Tanto os parâmetros do processo como o tipo de material de recheio e de parede geram influência no tamanho da partícula, dificultando a comparação entre trabalhos, principalmente quando não se tem disponível estudos semelhantes em leito fluidizado. Assim, a diferença entre o diâmetro médio entre partículas produzidas em *spray chilling* e em leito fluidizado é justificável pelo fato de cada equipamento possuir suas particularidades.

#### 5.4 Potencial Zeta

O potencial Zeta permite a identificação da estabilidade das partículas, observada pela força de repulsão das cargas elétricas presentes. Valores acima de  $|30|$ mV resultam em boa estabilidade devido a repulsão entre as partículas, prevenindo sua agregação. Na Tabela 10 estão presentes os valores de potencial Zeta dos ensaios estudados.

Tabela 10- Valores de potencial Zeta obtidos no processo de elaboração das partículas lipídicas com o planejamento experimental.

Ensaio	OSTH/OS (m/m)	Solução de AA	Potencial Zeta (mV)
F1	5,67	22	-47,3
F2	3	22	-39,0
F3	5,67	7,36	-45,1
F4	3	7,36	-24,5
F5	4	14,68	-43,0
F6	4	14,68	-43,6
F7	6,72	14,68	-53,1
F8	4	14,68	-52,01
F9	4	4,36	-45,0
F10	5,67	25	-48,3

OSTH: óleo de soja totalmente hidrogenado; OS: óleo de soja; AA: Ácido ascórbico. Fonte: elaborada pela autora.

Observou-se que os valores de potencial Zeta das partículas avaliadas foram acima de  $|30|$ mV, exceto a Formulação 4 (-24,5mV) o que certifica a estabilidade da maioria das amostras. Seus valores negativos são provenientes principalmente do material de parede de natureza hidrofóbica, além dos fosfolipídios negativamente carregados presentes na

lecitina de soja utilizada como surfactante. Carvalho (2013) também obteve valores negativos e maiores em módulo que 30mV ( $-41,9\text{mV} \pm 1,1$ ) em nanopartículas lipídicas sólidas contendo alfa-tocoferol.

A variação do potencial Zeta das partículas não pode ser explicado através do planejamento experimental proposto nesse estudo, mostrando que a variação das concentrações das misturas de lipídios e de solução de AA não alterou significativamente o parâmetro analisado.

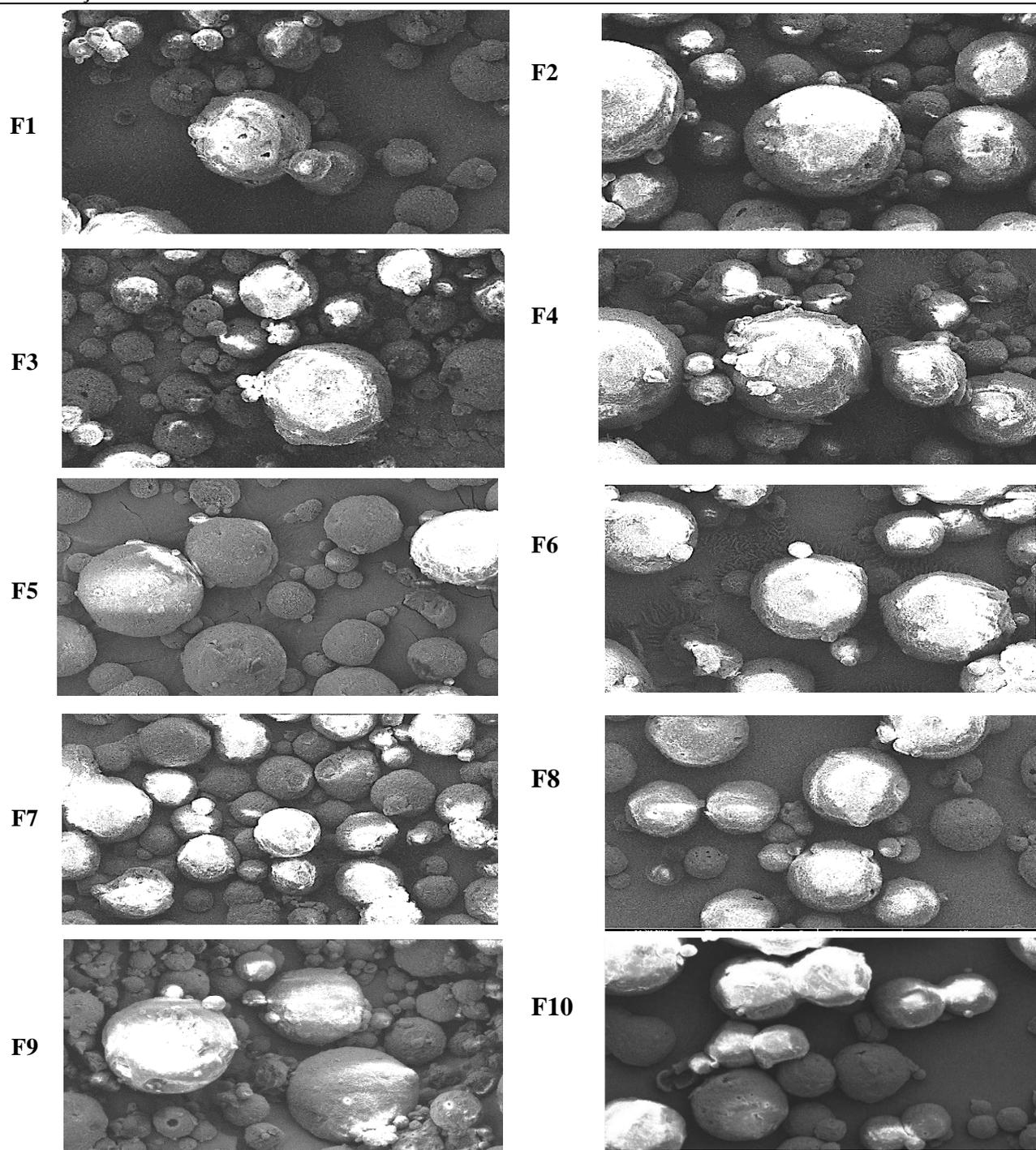
De acordo com os resultados obtidos, foi constatado que a estabilidade não foi afetada mesmo as partículas apresentando diâmetros menores que os encontrados na literatura, (ITEM 5.3) e a sua eficiência de encapsulação (ITEM 5.2) ter apresentado valores relativamente baixos, indicando que o ajuste nas concentrações das matérias-primas utilizadas e no processo de aspersão poderia tornar esse método mais eficaz no encapsulamento de solução de AA nas mesmas.

## **5.5 Microscopia eletrônica de varredura**

A análise de microscopia eletrônica de varredura nos permite avaliar o formato, o tamanho e o comportamento em relação a distribuição das partículas, mostrando se há uniformidade na sua morfologia e no seu diâmetro. A Figura 11 apresenta todas as formulações estudadas com aumento de 2000x.

Pela observação visual apresentada na Figura 11, a morfologia em todas as formulações foi do tipo matriz, apresentando formato esférico e característica densa (OKURO *et al.* 2013; CONSOLI *et al.*, 2016; DE MATOS-JR *et. al.*, 2017).O processo de resfriamento, geralmente, confere essas características às partículas lipídicas, o que não ocorre em partículas obtidas por evaporação do solvente, que apresentam característica ôca. A aglomeração das partículas apresentadas nas micrografias foi devida, provavelmente, à presença de recheio líquido e da adição de água presente na solução de AA, assim como foi observado por Fernandez (2014) no seu estudo de encapsulação de solução de glicose em cera de carnaúba, ácido oleico e lecitina de soja. As partículas apresentaram alguns furos em sua superfície, o que pode ter facilitado a migração do material de recheio para sua superfície, como apresentado na análise de Eficiência de encapsulação (ITEM 5.2).

Figura 11- Micrografia das partículas lipídicas com variação da concentração OSTH/OS e solução de AA.



Resolução: 2000x; F1:5,67OSTH/OS e 22% solução AA 25%;F2: 3OSTH/OS e 22% solução AA 25%;; F3:5,67OSTH/OS e 7,36% solução AA 25%; F4:3OSTH/OS e 7,36% solução AA 25%; F5 e F6:4OSTH/OS e 14,68% solução AA 25%; F8: 4OSTH/OS e 14,68% solução AA 25%; F9:4OSTH/OS e 4,36% solução AA 25%; F10: 5,67OSTH/OS e 25% solução AA 25%; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado; AA: Ácido ascórbico. Fonte: elaborada pela autora.

De Matos-Jr *et al.* (2017), em estudo de encapsulação de ácido ascórbico em óleo de palma observaram partículas de formato esférico, rugoso e densas. Consoli *et al.* (2016)

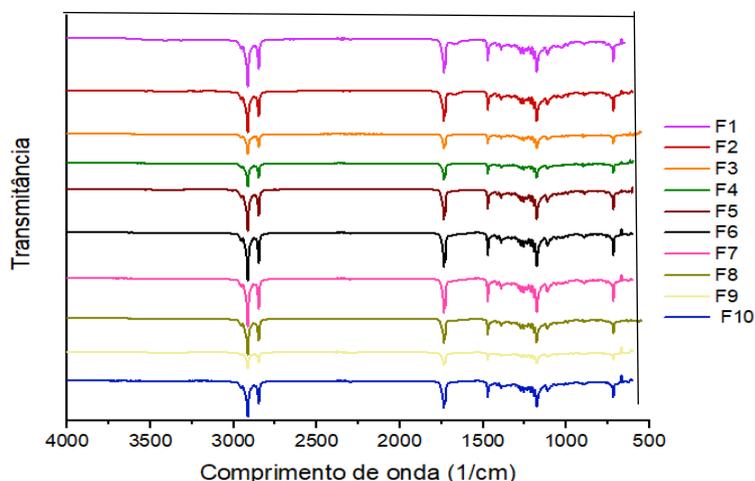
observaram partículas apresentando furos em sua superfície, com formato esférico e morfologia do tipo matriz na encapsulação de ácido gálico em mistura de OS e OSTH. Sartori *et al.* (2016) produziram partículas de formato esférico com variação de tamanho na encapsulação de ácido ascórbico em mistura de ácidos graxos láurico e oleico. Ambos os trabalhos utilizaram a técnica de *spray chilling* para o processamento das partículas.

O presente estudo mostrou que a utilização de aspensão à temperatura ambiente na formulação de partículas lipídicas não interferiu nas suas características morfológicas, indicando que esse processo pode ser utilizado com segurança para encapsulação de materiais ativos em carreadores lipídicos sem prejuízo nas características físicas das partículas.

### 5.6 Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FT-IR)

Na Figura 12 estão representadas as curvas dos espectros infravermelhos das diferentes formulações estudadas.

Figura 12- Espectrograma das partículas com variação da concentração OSTH/OS e solução de AA.



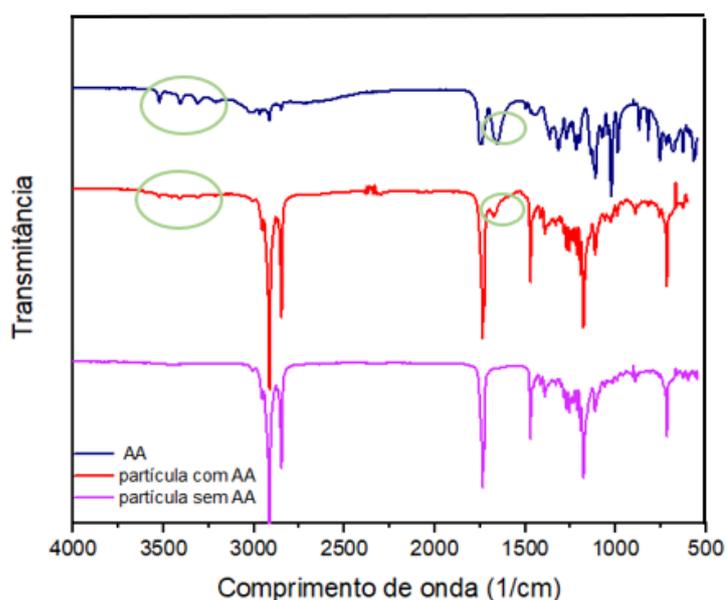
F1: 5,67 OSTH/OS e 22% solução AA 25%; F2: 3OSTH/OS e 22% solução AA 25%; F3: 5,67OSTH/OS e 7,36% solução AA 25%; F4: 3OSTH/OS e 7,36% solução AA 25%; F5 e F6: 4OSTH/OS e 14,68% solução AA 25%; F8: 4OSTH/OS e 14,68% solução AA 25%; F9: 4OSTH/OS e 4,36% solução AA 25%; F10: 5,67OSTH/OS e 25% solução AA 25%; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado; AA: Ácido ascórbico. Fonte: elaborado pela autora.

Não houve diferença nas curvas apresentadas pelas 10 formulações estudadas e seus respectivos picos (FIGURA 12). Esses resultados eram esperados, pois não houve modificação nas matérias-primas utilizadas na formulação das partículas. Como se trata de uma análise qualitativa, as diferentes concentrações dos compostos químicos nas formulações

não interferem nos resultados apresentados.

A Figura 13 apresenta as curvas dos espectros infravermelhos dos componentes puros (ácidos graxos, AA) e das partículas. Como os espectros de todas as formulações de partículas (F1 a F11) foram semelhantes, optou-se por apresentar apenas uma única curva para representação de todas elas, sendo escolhida a Formulação 10 por apresentar maior quantidade de AA, facilitando a observação dos picos referentes ao material de recheio na mistura de lipídios.

Figura 13- Curvas referentes ao espectro de infravermelho das partículas com e sem adição de AA e do AA puro.



Partícula com AA: F10: 5,67OSTH/OS e 25% solução AA 25%; OS: Óleo de soja refinado; OSTH: Óleo de soja totalmente hidrogenado AA:Ácido ascórbico. Fonte: elaborado pela autora.

Os picos característicos obtidos na curva de AA foram obtidos na faixa entre  $1000\text{cm}^{-1}$  e  $1750\text{cm}^{-1}$  e entre  $3300\text{cm}^{-1}$  e  $3500\text{cm}^{-1}$ . Esses picos são referentes às ligações de (C=O) e (O-H) presentes na molécula de vitamina C (DESAI e PARK, 2005; DE MATOS-JR, et. al., 2017), discretamente representados na curva que representa todas as formulações, indicando que o ácido ascórbico se encontrou presente nas partículas, não havendo sua total degradação. O gráfico também indicou que houve apenas uma interação física entre as moléculas, não alterando quimicamente os compostos e consequentemente preservando sua atividade.

A curva referente as misturas de lipídios apresentam 3 picos bem definidos, sendo o primeiro em torno de  $1750\text{cm}^{-1}$  e os dois últimos entre  $2750\text{cm}^{-1}$  e  $3000\text{cm}^{-1}$ . Esses picos indicam a presença de compostos carbonilados, mais precisamente ( $\text{CH}_3$ ) e ( $\text{CH}_2$ ),

caracterizando os compostos saturados e insaturados, respectivamente, presentes nas misturas de lipídios sólido e líquido. A presença do pico próximo a  $1250\text{cm}^{-1}$  refere-se à presença de ésteres (DE MATOS-JR *et al.*, 2017).

A utilização de temperatura ambiente no processo de obtenção de partículas lipídicas adicionadas de solução de AA não interferiu no comportamento dos grupamentos funcionais presentes nas matérias-primas, indicando que é possível a utilização da aspersion nessa temperatura para a formação das partículas sem prejuízo em suas características químicas.

## 6. CONCLUSÃO

Considerando a proporção entre as matérias-primas utilizadas e os resultados das análises de rendimento e eficiência de encapsulação, a formulação F5 (4OSTH/OS e 14,68% de solução AA) apresentou resultados mais promissores, sendo a escolhida como a melhor dentre as demais.

O estudo possibilitou a produção e caracterização de partículas lipídicas de uma forma inovadora, revelando uma nova forma de obtenção desses encapsulados. A utilização da temperatura ambiente torna o processo menos oneroso, possibilitando seu uso em escala industrial com uma menor demanda de energia em relação à utilização de temperatura de resfriamento para a formação das mesmas.

Estudos futuros de aprimoramento da técnica e possíveis aplicações resultariam em maiores valores de rendimento e de eficiência de encapsulação do material de recheio, sendo uma alternativa interessante o estudo da vida útil do produto para a observação do seu comportamento em relação ao processo e às variáveis avaliadas.

## REFERÊNCIAS

- ABBAS, S.; WEI, C.; HAYAT, K. Ascorbic acid: Microencapsulation techniques and trends— A review. **Food Reviews International**, [s.l.], v. 28, nº 4, p. 343-374, maio 2012.
- ANANDHARAMAKRISHNAN, C.; ISHWARYA, P. **Spray drying techniques for food ingredient encapsulation**. USA: John Wiley & Sons, 2015.
- AZEREDO, H. M. C. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 16, nº 1, p. 89-97, jan./mar.2008.
- BARBOSA-CANOVAS, G.V.; ORTEGA-RIVAS, E.; JULIANO, P.; YAN, H. **Food powders: physical properties, processing, and functionality**. New York: Springer Science & Business Media, 2006. Disponível em: [https://www.academia.edu/5901248/Physical\\_Properties\\_Processing\\_and\\_Functionality\\_FOOD\\_ENGINEERING\\_SERIES\\_Food\\_Powders](https://www.academia.edu/5901248/Physical_Properties_Processing_and_Functionality_FOOD_ENGINEERING_SERIES_Food_Powders). Acesso em: 13 abr 2017.
- BENELLI, L.; OLIVEIRA, W. P. System dynamics and product quality during fluidized bed agglomeration of phytochemical compositions. **Powder technology**, [s.l.], v. 300, p. 2-13, out. 2016.
- BERK, Z. **Food process engineering and technology**. 3th Ed. India: Academic Press, 2008 Disponível em: [https://mastermilk.com/uploads/biblio/food\\_process\\_engineering\\_and\\_technology.pdf](https://mastermilk.com/uploads/biblio/food_process_engineering_and_technology.pdf). Acesso em: 25 set. 2016.
- CAVALHEIRO, C. P.; ETECHEPARE, M.A.; MENEZES, M. F. S. C; FRIES, L. L. M. Encapsulação: alternativa para a aplicação de microrganismos probióticos em alimentos termicamente processados. **Ciencia & Natura**, [s.l.], v. 37, p. 65-74, dez.2015.
- CHANG, D.; ABBAS, S.; HAYAT, K.; XIA, S.; ZHANG, X. *et al.* Encapsulation of ascorbic acid in amorphous maltodextrin employing extrusion as affected by matrix/core ratio and water content. **International journal of food science & technology**, [s.l.], v. 45, nº 9, p. 1895-1901, ago. 2010.
- CONSOLI, L.; GRIMALDI, R.; SARTORI, T.; MENEGALLI, F.C.; HUBINGER, M.D. Gallic acid microparticles produced by spray chilling technique: production and characterization. **LWT-Food Science and Technology**, [s.l.], v. 65, p. 79-87, jan.2016.
- DELFINI, F. T. **Microencapsulação de óleo da semente de maracujá através da secagem por atomização**. 2016. 113 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2016.
- DE MATOS-JR, F. E.; COMUNIAN, T.A.; THOMAZINI, M.; FAVARO-TRINDADE, C.S. Effect of feed preparation on the properties and stability of ascorbic acid microparticles produced by spray chilling. **LWT-Food Science and Technology**, [s.l.], v. 75, p. 251-260, jan. 2017.

DE SOUZA, C. A. G.; SIQUEIRA, S. M. C.; AMORIM, A. F. V.; MORAIS, S. M.; GONÇALVES, T. *et al.* Encapsulação do ácido l-ascórbico no biopolímero natural galactomanana por spray-drying: preparação, caracterização e atividade antioxidante. **Quim. Nova**, [s.l.], v. 38, nº 7, p.877-883, jun. 2015.

FERNANDEZ, S. C. A. **Produção e caracterização de micropartículas lipídicas obtidas por spray cooling compostas por cera de caranaúba, ácido oleico e lecitina na encapsulação de solução de glicose e glicose sólida**. 2014. 99 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos)- Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2014.

FONTES, L. C. B.; SIVI, T. C.; RAMOS, K. K.; QUEIROZ, F. P. C. Efeito de antioxidantes na prevenção de escurecimento enzimático de batata-doce (*Ipomoea batatas*) e inhame (*Dioscorea spp*). **Publicatio UEPG: Ciências Exatas e da Terra, Agrárias e Engenharias**, Ponta Grossa, v. 15, nº 3, p. 167-174, 2009.

FRASCARELI, E. C.; SILVA, V.M.; TONON, R.V.; HUBINGER, M.D. Effect of process conditions on the microencapsulation of coffee oil by spray drying. **Food and bioproducts processing**, [s.l.], v. 90, nº 3, p. 413-424, jul. 2012.

GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, [s.l.], v. 40, nº 9, p. 1107-1121, nov. 2007.

GOMES, A.; COSTA, A.L. R.; PERRECHILL, F.A.; CINHA, R.L. Role of the phases composition on the incorporation of gallic acid in O/W and W/O emulsions. **Journal of Food Engineering**, [s.l.], v. 168, p. 205-214, jan. 2016.

KUHN, K. R.; SILVA, F.G.D; NETTO, F.M.; CUNHA, R.L. Assessing the potential of flaxseed protein as an emulsifier combined with whey protein isolate. **Food research international**, [s.l.], v. 58, p. 89-97, abr. 2014.

MACIEL, G. M.; CHAVES, K.S.; GROSSO, C.R.F.; GIGANTE, M.L. Microencapsulation of Lactobacillus acidophilus La-5 by spray-drying using sweet whey and skim milk as encapsulating materials. **Journal of dairy science**, [s.l.] v. 97, nº 4, p. 1991-1998, abr. .2014.

MAIA, J. L. **Desenvolvimento de microcápsulas contendo as antocianinas presentes no corante do extrato do jambo por polimerização interfacial**. 2013. 83 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2013.

NEDOVIC, V.; KALUSEVIC, A.; MANOJLOVIC, V.; LEVIC, S.; BUGARSKI, B. An overview of encapsulation technologies for food applications. **Procedia Food Science**, [s.l.] v. 1, p. 1806-1815, dez. 2011.

NOSARI, A. B. F. L.; LIMA, J. F.; SERRA, O. A.; FREITAS, L. A. P. Improved green coffee oil antioxidant activity for cosmetical purpose by spray drying microencapsulation. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, Curitiba, v. 25, nº 3, p. 307-311, maio/jun. 2015.

PEARSON, D. **Técnicas de laboratório para el analyses de alimentos**. Zaragoza, España: Acribia, 1976. 331p.

PEDROSO, D.L.; THOMAZINI, M.; HEINEMANN, R. J. B.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Protection of Bifidobacterium lactis and Lactobacillus acidophilus by microencapsulation using spray-chilling. **International Dairy Journal**, [s.l.], v. 26, nº 2, p. 127-132, out. 2012.

PERE, C. P. P. **Micropartículas lipídicas sólidas obtidas por spray drying para liberação intraocular de ibuprofeno**. 2014. 77 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2014.

PERES, L. B.; PERES, L. B.; ARAÚJO, P. H. H.; SAYER, C. Nova Estratégia De Preparação De Nanopartículas Lipídicas Sólidas Para Encapsulação De Compostos Hidrofílicos. In: Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química – COBEQ, 10, 2014, Florianópolis. **Blucher Chemical Engineering Proceedings**. São Paulo: Blucher, 2015. p. 14075-14082.

RAY, S.; RAYCHAUDHURI, U.; CHAKRABORTY, R. An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. **Food Bioscience**, [s.l.], v. 13, p. 76-83, mar. 2016.

RIBEIRO, M. D. M. M.; ARELLANO, D. B.; GROSSO, C. R. F. The effect of adding oleic acid in the production of stearic acid lipid microparticles with a hydrophilic core by a spray-cooling process. **Food Research International**, [s.l.], v. 47, nº 1, p. 38-44, jun. 2012.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos: uma estratégia sequencial de planejamentos**. Casa do Pão Editora., 2005. 325p.

ROSENKRANZ, K.; KASPER, M. M.; WERTHER, J.; BRUNNER, G. Encapsulation of irregularly shaped solid forms of proteins in a high-pressure fluidized bed. **The Journal of Supercritical Fluids**, [s.l.], v. 46, nº. 3, p. 351-357, out. 2008.

SANTOS, M.G.; CARPINTEIRO, D.A.; THOMAZINI, M.; ROCHA-SELMÍ, G.; CRUZ, A.G. *et al.* Coencapsulation of xylitol and menthol by double emulsion followed by complex coacervation and microcapsule application in chewing gum. **Food research international**, [s.l.], v. 66, p. 454-462, dez. 2014.

SARTORI, T.; CONSOLI, L.; HUBONGER, D.; MENEGALLI, F.C. Ascorbic acid microencapsulation by spray chilling: production and characterization. **LWT-Food Science and Technology**, [s.l.], v. 63, nº 1, p. 353-360, set.2015.

SARTORI, T.; MENEGALLI, F. C. Development and characterization of unripe banana starch films incorporated with solid lipid microparticles containing ascorbic acid. **Food Hydrocolloids**, [s.l.], v. 55, p. 210-219, abr. 2016.

SILVA, A. K. N. **Obtenção de um produto em pó a partir de banana verde, açaí e concentrado proteico do soro do leite utilizando secagem em leito de jorro**. 2014. 73 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Instituto de Tecnologia, Universidade Federal do Pará, Belém, 2014.

SOUTO, E. B.; SEVERINO, P.; SANTANA, M. H. A. Solid lipid nanoparticles: classical methods of lab production. **Química Nova**, São Paulo, v. 34, nº 10, p. 1762-1769, set. 2011.

TRINDADE, M. A.; GROSSO, C. R. F. The stability of ascorbic acid microencapsulated in granules of rice starch and in gum Arabic. **Journal of Microencapsulation**, [s.l.], v. 17, nº. 2, p. 169-176, set. 2000.

ZUIDAM, N. J.; SHIMONI, E. Overview of microencapsulates for use in food products or processes and methods to make them. In: **Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing**. New York: Springer, 2010. p. 3-29.