

# Capítulo 2

## **MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO DE SEMENTE DE UVA POR *SPRAY DRYING***

*Kelly Cristina da Silva  
Cláudio Takeo Ueno  
Lyssa Setsuko Sakanaka  
Marianne Ayumi Shirai*

### **1. INTRODUÇÃO**

O consumo de alimentos funcionais está em constante crescimento e vem sendo aceito cada vez mais pelos consumidores de diferentes classes sociais e faixas etárias. Entre estes alimentos destacam-se compostos bioativos como vitaminas, minerais e ácidos graxos. Esses compostos têm diferentes benefícios e são de diversas naturezas fazendo com que o seu processamento ou armazenamento seja um desafio para as indústrias (PAUCAR et al., 2016).

Uma das frutas mais cultivadas no mundo é a uva, sendo que 80% da produção é destinada à produção de vinho e suco, originando uma grande quantidade de subprodutos como a casca e a semente. Com o objetivo de maximizar o aproveitamento dos subprodutos, as indústrias estão investindo em novos processos onde permite unir a produtividade com a eficiência ambiental. Deste modo, destaca-se o reaproveitamento das sementes de uva para a extração do óleo, que são ricos em ácidos graxos poli-insaturados e apresentam antioxidantes naturais, como os polifenóis e vitamina E (FREITAS, 2007; MELLO, 2012). Além disso, as sementes são ricas em compostos fenólicos, como os flavonoides, que apresentam atividade antioxidante e contribuem para

prevenção de diversas enfermidades cardiovasculares, cancerígenas e doenças neurológicas (ROCKENBACH et al., 2008).

A microencapsulação é um processo onde os compostos (sólidos, líquidos e gases) são revestidos com finas membranas de polímeros, com o objetivo de proteger os compostos sensíveis de condições adversas como luz, ar, umidade, temperatura. Desta maneira o produto é estabilizado, promovendo sua liberação controlada e aumentando sua vida útil. A substância encapsulada é denominada núcleo e o material utilizado, cobertura ou material de parede (RAMOS, 2006; SUAVE et al., 2006).

A microencapsulação por *spray drying* é uma tecnologia utilizada em diversos segmentos industriais e na alimentícia é empregada para melhorar a estabilidade de diferentes compostos e manter o seu valor nutritivo. Esta tecnologia consiste na nebulização de uma mistura em estado líquido dentro de uma câmara mantida a uma corrente controlada de ar quente. A evaporação do solvente produz gotículas que se solidificam obtendo o material em pó formando as micropartículas (RAMOS, 2006; VITALI et al., 2008; OLIVEIRA; PETROVICK, 2009).

Desta maneira, a microencapsulação do óleo de semente de uva por *spray drying* seria interessante para possibilitar a sua aplicação em diferentes alimentos. Além disso, na forma encapsulada este composto estaria protegido de condições drásticas de processamento como calor, variação de pH, pressão, temperatura e luz, reduzindo a perda de nutrientes e a formação de sabor e odor desagradáveis (RAMOS, 2006; VITALI et al., 2008).

O objetivo deste trabalho foi microencapsular o óleo de semente de uva pela técnica de *spray drying* utilizando a goma arábica como material de parede. Nas partículas obtidas foram determinados a distribuição de tamanho, higroscopicidade, densidade, atividade de água e eficiência de encapsulação das micropartículas obtidas.

## 2. UVA

A uva é uma das frutas mais antigas do mundo e também uma das mais produzidas, sendo originada da América do Norte e Eurásia, mas a origem das primeiras produções de vinhos é incerta. A evolução da viticultura (ciência que estuda a produção da uva) ocorreu no século XIX com as pesquisas, que proporcionaram o desenvolvimento da produção de uva para o comércio industrial (RITSCHER; QUECINI, 2015).

As uvas são produzidas pelas videiras que são classificadas botanicamente como *Vitis* spp como mostrado na Figura 1. Há mais de 10.000 tipos no mundo, mas no Brasil são encontrados basicamente duas espécies: um grupo formado pelas uvas comuns ou americanas (*Vitis labrusca* ou híbridas) que são empregadas para o consumo *in natura* e para a produção de vinhos de mesa, sucos e derivados. Outro grupo são as destinadas à produção de vinhos finos ou para mesa pelas uvas europeias ou finas (*Vitis, vinifera*). A maior produção de uvas no Brasil se localiza nas regiões Sul, principalmente no Rio Grande do Sul e Santa Catarina (CAMARGO; NACHTIGAL, 2007; PÖTTER, 2010).

Um cacho de uva pode ser dividido em duas partes: uma parte herbácea, e a outra parte carnosa nomeada de baga ou grão. A herbácea é intitulada como engaço que equivale ao cacho que sustenta as bagas de uva. Sua composição consiste em grande quantidade de água, minerais, taninos e matéria lenhosa. Segundo Böger (2016), o grão ou baga apresenta de 6 a 12% de casca ou película, a qual consiste de um envoltório e em seu interior estão localizadas a polpa (85% a 92%) e as sementes (2 a 5%).

A casca é constituída de antocianinas, ácidos, taninos, substâncias aromáticas. As sementes possuem taninos, ácidos voláteis, substância resinosa e óleo comestível. A polpa abrange a parte mais importante da fruta composta de ácidos, minerais, substâncias pécicas e compostos fenólicos (AQUARONE et al., 2001; BÖGER, 2016).

Figura 1 – Uva



Fonte: IBRAVIN (2018).

A produção de uvas em 2015 no Brasil teve um aumento de 4,41% em relação ao ano de 2014, onde foram produzidas 1.499.353 toneladas de uvas, mas ocorreu redução de produção nos estados da Bahia, São Paulo e Paraná. Nesses estados, ocorreu a redução da área, além dos fatores climáticos. No Rio Grande do Sul, teve-se um aumento de 7,85% na produção em 2015 (MELLO, 2012).

No primeiro trimestre de 2018, as exportações brasileiras do setor vitivinícola registraram um crescimento em valor de 44%, segundo balanço divulgado pelo Instituto Brasileiro do vinho (IBRAVIN). Os espumantes representam 30% do total e apresentaram um crescimento de 64% em relação ao mesmo período de 2017, sendo o valor médio por litro de US\$ 4,88. Os vinhos por sua vez apontaram um aumento de 37% e o valor médio por litro foi de US\$ 2,25 (IBRAVIN, 2018).

A produção de derivados da uva gera milhões de toneladas de subprodutos, tais como o bagaço de uva, que é constituído pela semente, casca, engaço e restos da polpa da uva. Este resíduo é uma fonte rica de minerais, fibras, ácidos graxos poli-insaturados, compostos fenólicos, flavonoides e antocianinas, sendo considerado uma importante fonte de compostos bioativos para a aplicação em alimentos (IORA et al., 2015).

No Brasil, o bagaço de uva é geralmente usado na adubação do solo e como complementos para ração animal, sendo que esse não é um meio adequado devido à lenta biodegradabilidade das sementes de uvas no solo e à elevada concentração de fibras que o torna inviável ao consumo animal. Na Europa já é fabricado o óleo de semente de uva desde 1930 e é usado como óleo comestível, na produção de sabonetes finos, sabões e emulsões (FREITAS, 2007).

## 2.1 SEMENTES DE UVA

As sementes de uva apresentam 3% ao peso da uva e representam aproximadamente 15% dos subprodutos sólidos resultantes da indústria vinícola. A partir delas são extraídas o óleo, pois contêm cerca de 7 a 20% de óleo, 35% de fibras, 29% de compostos fenólicos, 11% de proteínas, 3% de minerais e 7% de água. A quantidade de óleo varia de acordo com as condições ambientais e da espécie da uva, conseguindo atingir valores de 10 a 16% do peso seco.

A Europa já consome o óleo de semente de uva como óleo comestível e utiliza como matéria-prima no setor industrial. O mesmo apresenta odor agradável e pode substituir quase todos os óleos vegetais, até mesmo o azeite de oliva, pois

sua digestibilidade (97,2%) é maior do que o óleo de soja (95%) segundo Oliveira et al. (2003).

Comparando o óleo de semente de uva com os de outras sementes, o mesmo contém uma porcentagem alta de taninos, lipídios insaponificáveis e tocoferol (vitamina E). Com isso, o óleo tem maior resistência à peroxidação, sendo um bom ingrediente na indústria alimentícia, farmacêutica e cosmética (PEREIRA, 2008; BÖGER, 2016).

O conteúdo de ácido linoleico e oleico é superior em relação aos outros óleos vegetais, sendo uma importante fonte para produção de ácido linoleico conjugado. Estudos apontam que o ácido linoleico conjugado produzido sinteticamente é eficaz na interdição de cânceres e mostrou ser eficaz também na redução da porcentagem de gordura em animais (PEREIRA, 2008).

A vitamina E presente no óleo de semente de uva é um antioxidante lipossolúvel composto de tocoferóis e tocotrienóis ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ,  $\sigma$ ), sendo  $\alpha$ -tocopherol a mais abundante e ativa. Ele impede a oxidação dos radicais livres e reage com o oxigênio, impedindo a transformações dos ácidos graxos insaturados em aldeídos. Além disso, é um dos antioxidantes mais utilizados e auxiliam na prevenção de doenças crônicas e seu emprego em alimentos ajuda na prevenção de doenças cardiovasculares. Desta forma, a grande vantagem na utilização do óleo de semente de uva é de que a matéria-prima é resultante de resíduo industrial (FREITAS, 2007; PEREIRA, 2008; BÖGER, 2016).

## 2.2 MICROENCAPSULAÇÃO

A microencapsulação surgiu ao final da década de 50 e vem sendo explorada desde então, com aplicações em diversas áreas utilizando vários métodos, pois cada um proporciona materiais com propriedades distintas (RAMOS, 2006; GHARSALLAOUI et al., 2007).

A microencapsulação é definida como um processo no qual pequenas partículas ou gotas são envolvidas por uma cobertura, ou são embebidas em uma matriz homogênea ou heterogênea, proporcionando a formação de pequenas cápsulas com várias propriedades. As microcápsulas têm como objetivo proteger compostos ativos de condições adversas como luz, umidade, temperatura, oxigênio, aumentando assim a estabilidade (GHARSALLAOUI et al., 2007).

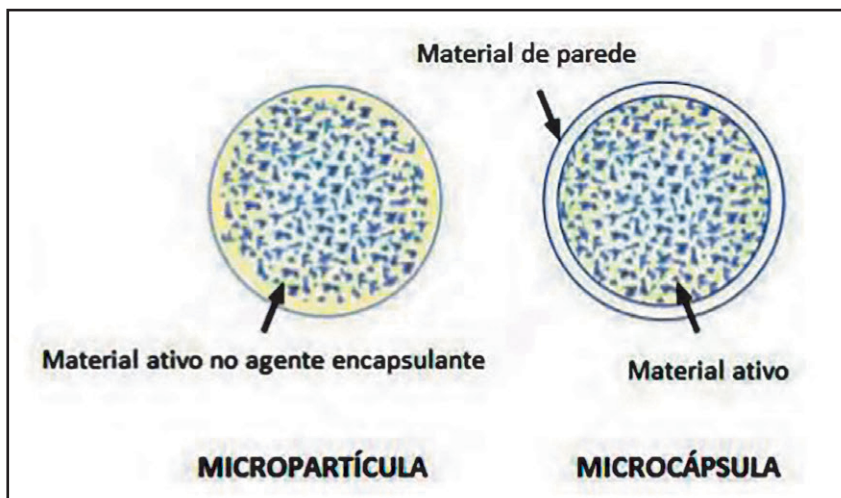
De forma simplificada, uma microcápsula é uma pequena esfera com uma parede uniforme ao seu redor. O material que se encontra no interior da

microcápsula é chamado de núcleo, fase interna ou material ativo, enquanto que o revestimento é denominado de material de parede, cobertura, casca ou membrana (GHARSALLAOUI et al., 2007).

No processamento da microencapsulação pode-se obter dois tipos de estruturas, que diferem pela distribuição do material encapsulado sendo conhecido como microcápsula e micropartícula. Nas micropartículas o material encapsulado permanece uniforme em todo volume da partícula e nas microcápsulas o material é totalmente envolvido pelo material de parede formando um núcleo de material ativo, conforme ilustrado na Figura 2 (SUAVE et al., 2006; GHARSALLAOUI et al., 2007).

A microencapsulação de compostos bioativos vem crescendo nas indústrias alimentícias, pois os ingredientes ativos são encapsulados reduzindo a volatilização dos aromas durante o armazenamento, inibe a reatividade em relação aos fatores ambientais e as interações indesejáveis com outros componentes dos alimentos, diminui as alterações de cor, perda do valor nutricional e a separação de componentes reativos ou incompatíveis e permite uma liberação controlada (BÖGER, 2016).

Figura 2 - Estruturas que podem ser obtidas na microencapsulação



Fonte: Suave et al. (2006).

A microencapsulação de óleos tem como objetivo prevenir a oxidação, a perda de substâncias voláteis e controlar a liberação do aroma. Já foram realizados estudos de microencapsulação de diferentes óleos, tais como óleo essencial

de manjeriço (GARCIA, 2013), óleo de linhaça (CARNEIRO, 2011), óleo de abacate (BAE; LEE, 2008), óleo de semente de uva (BÖGER; GEORGETTI; KUROZAWA, 2018), dentre outros.

## 2.3 MICROENCAPSULAÇÃO POR *SPRAY DRYING*

Um dos processos mais utilizados para microencapsulação na indústria de alimentos é o *spray drying*, por ser considerado um processo econômico e flexível, podendo ser realizado em um equipamento de fácil acesso que resulta em partículas de boa qualidade (DZIEZAK, 1988).

A secagem por aspersão ou atomização é um processo contínuo, onde um líquido ou pasta é transformado em um produto seco, na forma de pó, caracterizando-se por um tempo de secagem relativamente curto. O processo consiste basicamente na aspersão do líquido em um compartimento que recebe um fluxo de ar quente, de modo que a rápida evaporação da água permite manter baixa a temperatura das partículas (RÉ, 1998; CARNEIRO, 2011). Além disso, permite obter partículas de qualidade e com custo relativamente baixo comparado com outros processos (DESAI; PARK, 2005).

O método de encapsulação é um processo contínuo, podendo ser resumido em três etapas: atomização, desidratação e obtenção do pó. Na primeira etapa é preparada a emulsão e o líquido é atomizado e pulverizado. A atomização ocorre conforme é lançada no meio gasoso, tomando a forma esférica. Na segunda etapa as partículas são desidratadas por um fluxo de ar quente que evapora a água presente. Finalmente, na terceira etapa as partículas sólidas são coletadas e caracterizadas (FERNANDES et al., 2008; AMERI; MAA, 2006).

## 2.4 GOMA ARÁBICA COMO MATERIAL DE PAREDE

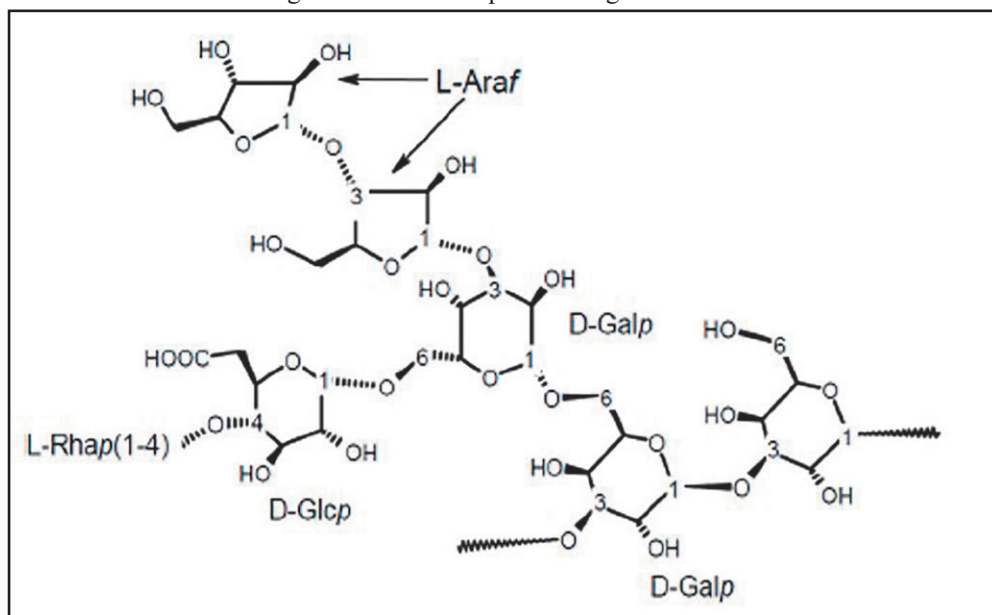
Conhecida também como goma acácia, a goma arábica (GA) é extraída a partir do exsudado de árvores de Acácia (*Acacia senegal* e *Acacia seyal*) das regiões subdesérticas da África e Sudão. É obtida por um processo manual no período da seca, um fator que compromete a obtenção por depender de fatores climáticos (ROCHA, 2009).

De acordo com a Figura 3, a goma arábica é um heteropolissacarídeo e sua cadeia principal é formada por unidades de D-galactose, unidas por ligações glicosídicas em  $\beta$ -1,3, e apresenta estruturas diferentes em suas cadeias laterais



como D-galactose, L-ramnose, L-arabinose e ácido D-glucurônico, que estão ligadas à cadeia principal por ligações  $\beta$ -1,6 (BEMILLER; WHISTLER, 1996; MCNAMEE; O'RIORDAN; O'SULLIVAN, 1998; RANDALL; PHILLIPS; WILLIAMS, 1988).

Figura 3 - Estrutura química da goma arábica



Fonte: Böger (2016).

A goma arábica é um polissacarídeo complexo solúvel em água com baixa viscosidade, que possibilita emulsões estáveis com propriedade emulsificante e estabilizante. Assim, é considerada um excelente material encapsulante para compostos voláteis, podendo ser utilizadas soluções com a concentração de até 50%, pois acima disto pode apresentar propriedades de gel. A GA é muito utilizada na área alimentícia, por suas propriedades funcionais como a boa propriedade emulsificante (JAFARI et al., 2008; ROCHA, 2009).

A proposta de usar a goma arábica como material de parede em processos de microencapsulação é devido à boa atividade emulsificante, estabilizador de emulsões do tipo óleo em água, e por produzir micropartículas com boas propriedades de proteção dos compostos bioativos (GHARSALLAOUI et al., 2007). Diversos estudos sobre a microencapsulação de compostos lipossolúveis já foram realizados utilizando a goma arábica, tais como, microencapsulação de



óleo de laranja (ASCHERI; MARQUEZ; MARTUCCI, 2003), azeite de oliva (CALVO et al., 2010), óleo de linhaça (CARNEIRO, 2011), óleo de semente de uva (BÖGER; GEORGETTI; KUROZAWA, 2018), entre outros.

### 3. PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

Este projeto teve caráter experimental com obtenção de dados quantitativos em laboratório. O experimento foi desenvolvido nos laboratórios do curso de Tecnologia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Londrina, no período de agosto de 2017 a maio de 2018.

Para a produção das micropartículas foi utilizado o óleo de semente de uva (Pazze Indústria de Alimentos Ltda., Panambi, RS) e goma arábica doada pela Nexira Brasil Comercial Ltda.

#### 3.1 MÉTODOS

Neste item estão descritos os métodos de obtenção das micropartículas de óleo de semente de uva e as técnicas de caracterização.

##### Preparo da emulsão

Inicialmente, foi preparada uma emulsão de óleo de semente de uva e goma arábica. A concentração de sólidos (goma arábica + óleo) foi fixada em 30% (m/m) e o teor de óleo de semente de uva foi de 10% (m/m) em relação à massa de sólidos conforme descrito por Carneiro (2011). A goma arábica foi adicionada em água destilada e a mistura ficou em agitação por 10 minutos até sua completa dissolução. Em seguida, adicionou-se o óleo e homogeneizou-se em Ultra-turrax (Ika, modelo T18, EUA) a 12.000 rpm durante 3 minutos. Uma formulação controle foi preparada contendo 30% (m/m) de goma arábica.

##### Microencapsulação por spray drying

Após o preparo das emulsões (com óleo e controle), foi realizada a secagem e microencapsulação do óleo de semente de uva por atomização em um *spray drying* laboratorial (Labmaq, modelo MSDi 1.0, Brasil) (Figura 4). As condições

do processo foram: diâmetro do bico de 0,7 mm; temperatura do ar de entrada  $120 \pm 2$  °C; temperatura do ar de saída de  $88 \pm 3$  °C; vazão de alimentação de 600 mL/min; fluxo de ar de 1,65 m<sup>3</sup>/min e pressão do ar comprimido de 35 L/min.

Figura 4 – *Spray dryer* utilizado neste trabalho



Fonte: Autoria própria.

As micropartículas obtidas foram avaliadas quanto ao teor de óleo superficial, óleo total, eficiência de encapsulação, retenção de óleo, atividade de água, densidade aparente, distribuição de tamanho, higroscopicidade e morfologia.

## Extração do óleo das micropartículas

A extração do óleo das micropartículas foi realizada em triplicata conforme descrito por Böger, Georgetti e Kurozawa (2016). Pesou-se 0,5 g de amostra de pó, dissolveu-se em 4 mL de água destilada a 50 °C e agitou-se a mistura por 10 min em agitador magnético. Em seguida foram adicionados 20 mL de hexano:i-isopropanol (3:1) e agitados no agitador magnético por mais 15 minutos. Após a separação de fases, coletou-se a fase sobrenadante e colocou-se em placas de

Petri. As placas ficaram na capela para evaporar os solventes e em seguida na estufa a 30 °C até o peso constante.

## Teor de óleo, eficiência de encapsulação e retenção de óleo

Após a extração do óleo das micropartículas (item 4.2.3.1), o conteúdo de óleo total nas microesferas (TO, %) foi determinado como sendo a razão entre a massa do óleo extraído e a massa do pó.

Para a determinação do óleo superficial (SO, %) seguiu-se metodologia descrita por Bae e Lee (2008), com modificações. O volume de 15 mL de hexano foi adicionado a 1 g de pó e agitado manualmente para a extração de óleo livre, durante 10 min, à temperatura ambiente. A mistura de solvente foi filtrada e o pó retido no filtro foi lavado três vezes com 10 mL de hexano. Em seguida, o solvente foi evaporado em capela, à temperatura ambiente, e depois em estufa a 60 °C até peso constante. O óleo superficial foi determinado como sendo a relação entre a massa do óleo superficial e a do pó. Assim, a eficiência de encapsulação (EE) foi calculada a partir da Equação 1.

$$EE = \left( \frac{TO - SO}{TO} \right) \times 100 \quad (1)$$

Onde:

TO = conteúdo total de óleo (%)

SO = teor de óleo superficial (%)

A retenção de óleo (RO) foi calculada, com a Equação 2, como sendo a relação entre o óleo total obtido analiticamente nas micropartículas (TO) e a concentração inicial de óleo adicionada à emulsão antes da secagem em relação à quantidade de sólidos totais, que corresponde a 10% (TO<sub>0</sub>) (BÖGER; GEORGETTI; KUROZAWA, 2018).

$$RO = \frac{TO}{TO_0} \quad (2)$$

## Atividade de água

A atividade de água foi realizada em triplicata e medida em um higrômetro digital Aqualab, modelo 3TE, a 25 °C.

## Distribuição de tamanhos da partícula

O diâmetro médio e a distribuição de tamanho das micropartículas foram determinados no laboratório do Centro de Tecnologia de Cereais e Chocolates do Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), Campinas – SP, através de um aparelho determinador de distribuição de tamanho de partículas, baseado no espalhamento de luz (Horiba, modelo LV950, Japão). O diâmetro médio da partícula foi expresso em termos de volume médio ( $D_{4,3}$ ) e a polidispersidade foi dada pelo índice span, calculado com a Equação 3:

$$Span = \frac{D_{90} - D_{10}}{D_{50}} \quad (3)$$

Onde:

$D_{10}$  = diâmetros de 10% da distribuição acumulada.

$D_{50}$  = diâmetros de 50% da distribuição acumulada.

$D_{90}$  = diâmetros de 90% da distribuição acumulada.

## Densidade aparente

A densidade das micropartículas foi determinada por pesagem de 2 g da amostra em pó em uma proveta graduada de 25 mL, em duplicata. Uma vibração constante foi realizada durante três minutos. O volume ocupado foi utilizado para calcular a densidade (CAI; CORKE, 2000), o qual foi expresso em g/mL.

## Higroscopicidade

Foram pesados 2 g de micropartícula e armazenou-se em um dessecador com uma solução saturada de  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (81% UR). A higroscopicidade foi expressa como a umidade adsorvida em 100 g de sólidos secos (CAI; CORKE, 2000).

## Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A morfologia das micropartículas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (EVO MA 15, Carl Zeiss, Oberkochen, Alemanha), com potência de aceleração de 10 KV. Previamente à análise, as amostras foram recobertas com ouro em um *sputter coater* (Q150R ES rotary-pumped *sputter coater*; Quorum Technologies Ltd, Lewes, Inglaterra).

## 3.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados foram avaliados por teste t-Student ao nível de 5% de significância ( $p < 0,05$ ), utilizando o software Statistica 7.0.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de óleo total e superficial, retenção de óleo e eficiência de encapsulação de micropartículas contendo óleo de semente de uva são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 – Óleo total e superficial, retenção de óleo e eficiência de encapsulação de óleo de semente de uva microencapsulado

Parâmetros	Controle	Óleo de semente de uva
Óleo total (%)	-	9,24 ± 0,22
Óleo superficial (%)	-	0,36 ± 0,09
Retenção de óleo (%)	-	92,40 ± 2,2
Eficiência de encapsulação (%)	-	96,17 ± 0,87

Fonte: Autoria própria.

O teor de óleo superficial está relacionado ao óleo que não foi microencapsulado e que está presente na superfície das micropartículas. Para que um processo de microencapsulação seja bem-sucedido, as micropartículas devem ter uma mínima quantidade de óleo na superfície, ou seja, apresentar a máxima retenção de óleo dentro da matriz (TAN; CHAN; HENG, 2005). Neste trabalho o teor de óleo superficial foi de 0,36%, valor abaixo do relatado por Böger, Georgetti e Kurozawa (2018) em óleo de semente de uva microencapsulado

com goma arábica e maltodextrina. A retenção de óleo foi de 92,40%, sendo próximo do relatado por estes mesmos autores.

A quantidade de óleo total foi de 9,24%, o que resultou em uma eficiência de encapsulação de 96,17%. A eficiência de encapsulação indica a porcentagem de óleo que está efetivamente encapsulada, no interior da matriz de goma arábica (OGRODOWSKA; TAŃSKA; BRANDT, 2017). Comparado a outros trabalhos que realizaram a microencapsulação de óleos por *spray drying* utilizando a goma arábica como material de parede (BÖGER; GEORGETTI; KUROSZAWA, 2018; CARNEIRO et al., 2013; GARCIA, 2013), os valores obtidos no presente estudo foram superiores.

Ao preparar a emulsão é preferível que as gotículas de óleo fiquem menor possível, pois assim serão retidas de forma mais eficiente dentro da matriz de goma arábica. Quanto maiores forem as gotas de óleo, maior será o rompimento da emulsão durante a atomização, alterando a distribuição de tamanho. Este rompimento da emulsão favorece o aumento do óleo de superfície, diminuindo a eficiência de encapsulamento (JAFARI et al., 2008; MUNOZ-IBANEZ et al., 2015). Assim, pode-se concluir que a alta eficiência de encapsulação e a retenção de óleo obtidas neste trabalho estão diretamente relacionadas com as adequadas condições de preparo da emulsão como: tempo e velocidade de rotação do Ultra-turrax, quantidade de goma arábica e óleo de semente de uva.

De acordo com a Tabela 2, observa-se que a amostra com óleo de semente de uva teve maior valor de atividade de água ( $a_w$ ) em comparação à amostra controle. É possível que durante a pulverização e secagem, a presença do óleo tenha dificultado a difusão de água. Valores semelhantes de  $a_w$  foram reportados por Böger, Georgetti e Kurozawa (2018) em óleo de semente de uva microencapsulado com goma arábica. O valor da  $a_w$  está relacionado à conservação dos alimentos, podendo indicar a possibilidade de reações químicas e enzimáticas.

Tabela 2 – Atividade de água, densidade aparente e higroscopicidade de micropartículas controle e de óleo de semente de uva

Parâmetros	Controle	Óleo de semente de uva
Atividade de água	0,1740 <sup>a</sup> ± 0,009	0,2080 <sup>b</sup> ± 0,0163
Densidade aparente (g/mL)	0,500 <sup>a</sup> ± 0,001	0,500 <sup>a</sup> ± 0,001
Higroscopicidade (g/100g)	28,75 <sup>b</sup> ± 0,35	25,04 <sup>a</sup> ± 0,06

<sup>a,b</sup> Letras diferentes na linha apresentam diferença significativa ( $p < 0,05$ ) pelo Teste t-Student.

Fonte: Autoria própria.

A densidade é um parâmetro importante de se avaliar para o processamento, embalagem, transporte e estocagem de produtos em pó, pois com esse resultado verifica-se a quantidade de material, por peso, que pode caber em uma embalagem com um determinado volume. A densidade mais utilizada é a densidade aparente que considera o volume de material e o volume de ar entre partículas. Tanto a amostra controle como a amostra encapsulada apresentaram valor de 0,500 g/mL. As densidades encontradas foram maiores que as descritas por Böger, Georgetti e Kurozawa (2018) e Bae e Lee (2008) para microcápsulas de óleo de semente de uva e óleo de abacate, respectivamente, mas foram semelhantes à descrita por Garcia (2013) em microcápsulas de óleo essencial de manjerição. Materiais com baixa densidade não são desejáveis, pois necessitam de espaço maior para armazenamento, gerando custos. Além disso, partículas com baixa densidade podem ser resultantes da presença de ar em seu interior e isso pode estar relacionado com maiores chances de degradação oxidativa e menor estabilidade na estocagem (CAI; CORKE, 2000).

Com relação à higroscopicidade, foi observada diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre as amostras e as microcápsulas com óleo de semente de uva que apresentaram menor valor (25,04 g/100 g), possivelmente pela presença de óleo na formulação. Os dados da higroscopicidade encontrados foram maiores que o descrito por Garcia (2013) para microcápsulas de óleo essencial de manjerição (9,13 a 10,43 g/100 g de material) e menores que os reportados por Cai e Corke em micropartículas de betacianinas de amarantho (44,6 a 49,5 g/100 g de material), todas obtidas por *spray drying*.

É esperado que as partículas apresentem higroscopicidade baixa, pois o ganho de umidade pode originar mudanças nas propriedades de escoamento das micropartículas, além das mudanças visuais e alterações de cor. A alta higroscopicidade também pode levar a uma maior degradação do material encapsulado (CAI; CORKE, 2000; GARCIA, 2013).

Na Tabela 3 estão apresentados os valores de diâmetro médio ( $D_{4,3}$ ), distribuição de tamanho e índice span das micropartículas obtidas por *spray drying*.



Tabela 3 – Diâmetro médio, distribuição de tamanho e span de micropartículas controle e de óleo de semente de uva

	<b>D<sub>4,3</sub> (μm)</b>	<b>D<sub>10</sub> (μm)</b>	<b>D<sub>50</sub> (μm)</b>	<b>D<sub>90</sub> (μm)</b>	<b>Span</b>
Controle	16,0 <sup>b</sup> ±0,3	3,0 <sup>b</sup> ±0,1	15,4 <sup>b</sup> ±0,3	28,6 <sup>b</sup> ±0,4	1,7 <sup>b</sup> ±0,1
Óleo de semente uva	12,5 <sup>a</sup> ±0,4	2,5 <sup>a</sup> ±0,1	13,1 <sup>a</sup> ±0,3	19,0 <sup>a</sup> ±0,3	1,3 <sup>a</sup> ±0,1

<sup>a,b</sup> Letras diferentes na coluna apresentam diferença significativa (p<0,05) pelo Teste t-Student.

Fonte: Autoria própria.

O diâmetro médio foi de 16,0 μm e 12,5 μm para a amostra controle e com óleo de semente de uva, respectivamente, e apresentaram diferença significativa (p<0,05). De acordo com Gong et al. (2007), os pós obtidos por *spray drying* apresentam diâmetro menor que 50 μm, estando condizente com os valores obtidos neste estudo. O tamanho da gota atomizada varia com a viscosidade do líquido, a uma velocidade de atomização constante. Quanto maior a viscosidade do líquido, maiores são as gotas geradas através da atomização e, consequentemente, maiores as partículas de pó obtidas (MASTERS, 1991).

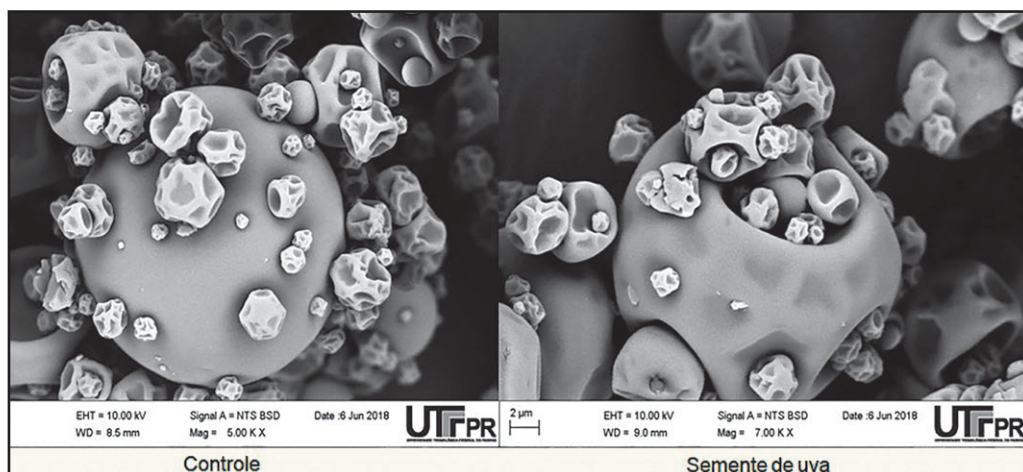
O tamanho da partícula afeta diretamente a textura dos alimentos e quando estas são muito grandes, pode ter um impacto prejudicial nas propriedades sensoriais. Assim, é importante obter partículas menores que 100 μm como as apresentadas neste estudo (PAUCAR et al., 2016). Somado a este fato, a distribuição do tamanho das microcápsulas significa um importante parâmetro físico, pois pode influenciar na mistura de elementos diferentes, na compactação e separação da mistura. As partículas menores tendem a localizar-se na parte inferior, enquanto as partículas maiores tendem a ficar na parte superior da embalagem.

Os valores de polidispersão ou *span* representam o equilíbrio e a distribuição do tamanho das partículas, ou seja, quanto maior o valor do *span*, mais heterogênea ou polidispersa é a sua distribuição (BÖGER, 2016). Observando a Tabela 3, verifica-se que houve diferença nos valores de *span* das amostras (p>0,05). O *span* encontrado neste estudo variou de 1,3 a 1,7, sendo considerado um valor elevado, indicando que não houve homogeneidade quanto ao tamanho das amostras. Valor superior de *span* foi encontrado por Böger, Georgetti e Kurozawa (2018) ao estudar microencapsulação de óleo de semente de uva utilizando goma arábica como material de parede e valor inferior foi encontrado por Carneiro (2011) ao microencapsular óleo de linhaça com diferentes combinações de materiais de parede. A diferença nos valores encontrados pode estar relacionada com as diferentes condições de processo empregada.

A morfologia das micropartículas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A Figura 5 mostra a estrutura externa das micropartículas controle e as que contêm óleo de semente de uva. De um modo geral, verifica-se partículas de diferentes tamanhos, o que corrobora com os valores elevados de span discutidos anteriormente.

Observando as imagens da estrutura externa, pode-se dizer que as micropartículas tiveram formato esférico, característico de micropartículas produzidas por *spray-dryer*, e superfície enrugada, resultante da redução das gotas durante as etapas iniciais da secagem. De acordo com Ré (1998), é desejável que partículas esféricas sejam geradas por mostrarem maior fluidez, menor razão superfície/volume, e por isso beneficiar a retenção de aroma, e maior densidade aparente, resultado de um melhor “empacotamento” do material de recheio.

Figura 5 – Morfologia das micropartículas



Fonte: Autoria própria.

## 5. CONCLUSÃO

No presente trabalho foi possível microencapsular o óleo de semente de uva comercial com sucesso pela técnica de *spray drying*, conseguindo obter resultados satisfatórios de eficiência de encapsulação e retenção de óleo. A partir desses dados conclui-se que as microcápsulas de óleo de semente de uva podem ser uma alternativa de ingrediente, pois conforme a literatura possui propriedades benéficas à saúde devido a sua composição de ácidos graxos e ser rico em antioxidante natural. Além disso, agregaria valor a subprodutos.

Por fim, diante dos resultados obtidos, sugere-se a continuidade deste trabalho realizando a microencapsulação do óleo de semente de uva com diferentes materiais de parede e utilizando outras técnicas de microencapsulação.

## REFERÊNCIAS

AMERI, M.; MAA, Y. Spray-drying of biopharmaceuticals: stability and process considerations. **Drying Technology**, v. 24, n. 6, p. 763-768, 2006.

AQUARONE, E. et al. **Biotecnologia industrial**. São Paulo: Blucher, v. 4, 2001.

ASCHERI, D. P. R.; MARQUEZ, M. O. M.; MARTUCCI, E. T. Microencapsulação de óleo essencial de laranja: Seleção de material de parede. **Ciência e tecnologia de Alimentos**, v. 23, p.1-6, 2003.

BAE, E. K.; LEE, S. J. Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. **Journal of Microencapsulation**, v. 25, n. 8, p. 549-560, 2008.

BEMILLER, J. N.; WHISTLER, R. L. Carbohydrates. In: FENNEMA, O.R. **Food Chemistry**, 3 ed. Cap.4, p.157-224. 1996.

BÖGER, B. R. **Extração de óleo de semente de uva por ultrassom e microencapsulação por *spray drying***. 2016. 129 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos). Universidade Estadual de Londrina. Londrina, 2016.

BÖGER, B. R.; GEORGETTI, S. R.; KUROSZAWA, L. E. Microencapsulation of grape seed oil by spray drying. **Food Science and Technology**, 2018.

CAI, Y. Z.; CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, p. 1248-1252, 2000.

CALVO, P. et al. Microencapsulation of extra-virgin olive oil by spray drying: Influence of wall material and olive quality. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 112, p. 852–858, 2010.

CAMARGO, U. A.; NACHTIGAL, J. C. Recomendações para produção de videiras em sistemas de base ecológica. **Embrapa Uva e Vinho**, 2007. Disponível em: <http://www.cnpuv.embrapa.br/publica/documentos/doc065.pdf>. Acesso em: 19 maio 2018.

CARNEIRO, H. C. F. **Microencapsulação de óleo de linhaça por *spray drying*: influência da utilização de diferentes combinações de materiais de parede**. 2011. 113 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2011.

DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Recent developments in microencapsulation of food ingredients. **Drying Technology**, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.

DZIEZAK, J. D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, v. 42, n. 4, p. 136-148, 1988.

FERNANDES, L. P. et al. Volatile retention and antifungal properties of spray-dried microparticles of *Lippia sidoides* essential oil. **Drying Technology**, v. 26, p.1534-1542, 2008.

FREITAS, L. S. **Desenvolvimento de procedimentos de extração do óleo de semente de uva e caracterização química dos compostos extraídos**. 2007. 227 f. Tese (Doutorado em Química). Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2007.

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

GHARSALLAOUI, A. et al. Applications of spray drying in Microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9, p. 1107-1121, 2007.

GONG, Z. et al. Spray drying and agglomeration of instant bayberry powder. **Drying Technology**, v. 26, n. 1, p. 116-121, 2007.

IBRAVIN – Instituto Brasileiro do Vinho. **Exportações de vinhos e espumantes brasileiros crescem 44% em valor no primeiro trimestre de 2018**. 21 de Maio de 2018. Disponível em: <http://www.ibravin.org.br/Noticia/exportacoes-de-vinhos-e-espumantes-brasileiros-crescem-44-em-valor-no-primeiro-trimestre-de-2018/354>. Acesso em: 24 maio 2018.

IORA, S. R. F. et al. Evaluation of the bioactive compounds and the antioxidant capacity of grape pomace. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 50, n. 1, p. 62-69, 2015.

JAFARI, S. M. et al. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. **Drying Technology**, v. 26, n. 7, p. 816-835, 2008.

MASTERS, K. **Spray drying handbook**. 5th ed., London: Longman Scientific & Technical, 725p. 1991.

MCNAMEE, B. F.; O'RIORDAN, E. D.; O'SULLIVAN, M. Emulsification and microencapsulation properties of gum Arabic. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 46, p. 4551-4555, 1998.

MELLO, L. M. R. Vitivinicultura mundial: Principais países e posição do Brasil. Comunicado técnico 121. **Embrapa uva e vinho**. Agosto, 2012. Disponível em: <http://www.cnpuv.embrapa.br/publica/comunicado/cot121.pdf>. Acesso em: 20 maio 2018.

MUNOZ-IBANEZ, M. et al. Changes in oil-in-water emulsion size distribution during the atomization step in spray-drying encapsulation. **Journal of Food Engineering**, v. 167, p. 122-132, 2015.

OGRODOWSKA, D.; TAŃSKA, M.; BRANDT, W. The influence of drying process conditions on the physical properties, bioactive compounds and stability of encapsulated pumpkin seed oil. **Food and Bioprocess Technology**, v. 10, n. 7, p. 1265-1280, 2017.

OLIVEIRA, G. P.; ECHEVENHUÁ, M. M.; MESSIAS, R. S. **Processo de extração e caracterização do óleo de semente de uva**, UFSC, Santa Catarina, 2003.

OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (spray drying) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 20, n. 4, p.641-650, 2009.

PAUCAR, O. C. et al. Production by spray chilling and characterization of solid lipid microparticles loaded with vitamin D<sub>3</sub>. **Food and Bioproducts Processing**, v. 1000, p. 344-350, 2016.

PEREIRA, G. G. **Obtenção de nanoemulsões O/A à base de óleo de semente de uva e oliva aditivadas de metoxicinamato de octila e estudo do potencial antioxidante e fotoprotetor das emulsões**. 2008. 118 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas). Ribeirão Preto, 2008.

PÖTTER, G. H. et al. Desfolha parcial em videiras e seus efeitos em uvas e vinhos Cabernet Sauvignon da região da Campanha do Rio Grande do Sul, Brasil. **Ciência Rural**, v. 40, n. 9, p. 2011-2016, 2010.

RAMOS, M. F. S. **Desenvolvimento de microcápsulas contendo a fração volátil de copaína por *spray-drying*: estudo de estabilidade e avaliação farmacológica**. 2006. 132 f. Tese (Doutorado em Farmácia, Fármacos e Medicamentos), Universidade de São Paulo. Ribeirão Preto, 2006.

RANDALL, R. C.; PHILLIPS, G. O.; WILLIAMS, P. A. The role of the proteinaceous component on the emulsifying properties of gum arabic. **Food Hydrocolloids**, v. 2, n. 2, p. 131-140, 1988.

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

RITSCHER; QUECINI, V. Suco de Uva In: REIFSCHNEIDER, F. J. B. et al. **Uma pitada de biodiversidade na mesa dos brasileiros**. Brasília, DF, 2015. p. 107-123.

ROCHA, G. A. **Produção, caracterização, estabilidade e aplicação de microesferas de Licopeno**. 2009. 80 f. Dissertação (Mestrado em Alimentos e Nutrição). Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2009.

ROCKENBACH, I. I. et al. Influência do solvente no conteúdo total de polifenóis, antocianinas e atividade antioxidante de extratos de bagaço de uva (*Vitis vinifera*) variedades Tannat e Ancelota. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**: v. 28, n. 1, p. 238-244, 2008.

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

TAN, L. H.; CHAN, L. W.; HENG, P. W. Effect of oil loading on microspheres produced by spray drying. **Journal of Microencapsulation**, v. 22, p. 253-259, 2005.

VITALI, L. et al. Microencapsulação do agente quelante sulfoxina em microesferas de quitosana preparadas por spray drying como novo adsorvente para íons metálicos. **Química Nova**, v. 31, n. 6, p.1400-1404, 2008.