

UNIVERSIDADE FEDERAL DOS VALES DO JEQUITINHONHA E MUCURI

Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos

Keyla Carvalho Pereira

**MICROENCAPSULAÇÃO E LIBERAÇÃO DE MICROPARTÍCULAS DE ÓLEO
ESSENCIAL DE ORÉGANO OBTIDAS PELO PROCESSO DE SECAGEM POR
ATOMIZAÇÃO**

Diamantina

2018

Keyla Carvalho Pereira

**MICROENCAPSULAÇÃO E LIBERAÇÃO DE MICROPARTÍCULAS DE ÓLEO
ESSENCIAL DE ORÉGANO OBTIDAS PELO PROCESSO DE SECAGEM POR
ATOMIZAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, como requisito para obtenção do título de Mestre.

Orientadora: Profa. Dra. Joyce Maria Gomes da Costa

**Diamantina
2018**

Ficha Catalográfica – Serviço de Bibliotecas/UFVJM
Bibliotecário Anderson César de Oliveira Silva, CRB6 – 2618.

P436m

Pereira, Keyla Carvalho

Microencapsulação e liberação de micropartículas de óleo essencial de orégano obtidas pelo processo de secagem por atomização / Keyla Carvalho Pereira. – Diamantina, 2018.

108 p. : il.

Orientadora: Joyce Maria Gomes da Costa

Dissertação (Mestrado – Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri.

1. Microencapsulação. 2. Secagem por atomização. 3. *Origanum vulgare*. 4. Liberação controlada. I. Costa, Joyce Maria Gomes da. II. Título. III. Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri.

CDD 664

Elaborado com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Keyla Carvalho Pereira

**MICROENCAPSULAÇÃO E LIBERAÇÃO DE MICROPARTÍCULAS DE ÓLEO
ESSENCIAL DE ORÉGANO OBTIDAS PELO PROCESSO DE SECAGEM POR
ATOMIZAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, como requisito para obtenção do título de Mestre.

Orientadora: Profa. Dra. Joyce Maria Gomes da Costa

Data de aprovação 27/02/2018

Prof. Dr. Álvaro Dutra de Carvalho Júnior – UFVJM

Profa. Dra. Tatiana Nunes Amaral – UFVJM

Profa. Dra. Joyce Maria Gomes da Costa – UFV JM
Presidente

Diamantina

AGRADECIMENTOS

A Deus, por estar sempre comigo, guiando meus passos e me concedendo bênçãos, saúde e força nesta caminhada.

Ao meu pai Luiz, minha mãe Geni, meus irmãos Ângela e Warlen e meu cunhado Gilmar, pelo amor incondicional, pela paciência e incentivo e por sempre me aconselharem nos momentos difíceis.

À minha orientadora Profa. Dra. Joyce Maria Gomes da Costa por ter me recebido como aluna no mestrado. Agradeço pelo carinho, orientação, incentivo e por ter compartilhado seus conhecimentos.

Aos meus amigos Ilva, Tiago Guedes, Dilton, Eliznara, Maraísa, Lívia, Thiago Coimbra e Juscilene, pelos conselhos, apoio e incentivo, e aos que contribuíram diretamente com a realização deste projeto, que Deus possa retribuí-los pela ajuda e carinho!

Ao Instituto de Ciência e Tecnologia, ao curso de Engenharia de Alimentos, e em especial aos meus colegas Técnicos, obrigado a todos pelo apoio!

Aos docentes do Programa de Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos PPGCTA-UFVJM, pelo conhecimento compartilhado e incentivo na formação de pós-graduados. Aos colegas de mestrado, em especial Dani, Kelly, Mayara, Fernanda, Matheus, Bianca e Lucielle pelos momentos de estudo e também de descontração.

Aos Profs. Drs. Álvaro Dutra de Carvalho Júnior, Guilherme Carneiro, Diego Botrel, Paulo César de Resende Andrade e a Profa. Dra. Tatiana Nunes Amaral pelas contribuições neste trabalho, e também pelas dicas e conselhos. Obrigado a todos pela valiosa ajuda!

Aos Técnicos José Joaquim de Sá Telles, Phellipe Luan Brito e Kelly Cristina Kato pela ajuda em análises do projeto.

Às empresas Metachem e Ingredion pelo fornecimento dos materiais usados nesta pesquisa.

Aos integrantes da banca examinadora por terem aceito contribuir com este trabalho.

A todos, muito obrigada!

“Nas grandes batalhas da vida, o primeiro passo para a vitória é o desejo de vencer”. (MAHATMA GANDHI)

RESUMO

A microencapsulação é uma boa alternativa para a estabilidade e proteção dos compostos voláteis presentes nos óleos essenciais, pois os protege de condições ambientais adversas. O óleo essencial de orégano (OEO) apresenta propriedades antioxidantes e antimicrobianas, que lhe permite atuar como conservante, além de ser uma boa alternativa para aplicação nos alimentos pelos benefícios de sabor e aroma. A liberação controlada propicia as micropartículas de OEO serem liberadas em local ou momento específico, ampliando a área de aplicação desses ingredientes alimentícios. Este trabalho tem como objetivo caracterizar a emulsão e respectivas micropartículas de OEO elaboradas com 25% de goma arábica (GA) e 75% de amido modificado (AM) produzidas através da secagem por atomização, avaliar o perfil de liberação das micropartículas em um sistema modelo empregando a metodologia de superfície de resposta, e avaliar o perfil cinético de liberação das micropartículas. A emulsão foi analisada quanto ao teor de sólidos totais, viscosidade, potencial zeta e microscopia óptica. As micropartículas foram caracterizadas quanto a atividade de água, umidade, solubilidade, molhabilidade, potencial zeta, morfologia e tamanho. Os efeitos da agitação e temperatura em um sistema modelo foram avaliados no perfil de liberação do carvacrol (composto majoritário) presente nas micropartículas através do mecanismo de difusão, e a cinética de liberação das micropartículas foi avaliada usando os modelos de ordem zero, primeira ordem, Higuchi e Korsmeyer-Peppas. A emulsão obteve viscosidade de 11,27 mPa.s, teor de sólidos totais de 9,62% e potencial zeta de -2,73 mV. As gotas da emulsão de óleo essencial de orégano, caracterizadas por microscopia óptica, apresentaram dispersão, formato arredondado e tamanhos heterogêneos. As micropartículas apresentaram valores médios de atividade de água, umidade, solubilidade e tamanho iguais a, 0,13; 2,20%; 69,55% e 15,75 μ m, respectivamente. A molhabilidade foi considerada elevada (19,50 minutos), e o potencial zeta, obteve valor igual a -9,09 mV. As micrografias mostraram micropartículas esféricas, ocas, de superfície côncava e rugosa, tamanhos variados e com tendência a aglomeração. A eficiência da microencapsulação obteve valor médio de 80,41%. A menor liberação do carvacrol (37%) foi observada na temperatura de 10°C e agitação de 50 rpm. O principal mecanismo de liberação, observado na cinética de liberação, foi a difusão, e o modelo que melhor se ajustou foi o de Korsmeyer-Peppas com valores de R^2 acima de 0,94 e 0,98, para as temperaturas de 25°C e 40°C, respectivamente.

Palavras-chave: Microencapsulação. Secagem por atomização. *Origanum vulgare*. Liberação controlada.

ABSTRACT

Microencapsulation is a good alternative for stability and protection of volatile compounds present in essential oils, as it protects them from adverse environmental conditions. Oregano essential oil (OEO) presents antioxidant and antimicrobial properties, which allows it to act as a preservative, besides being a good alternative for application in foods by the benefits of flavor and aroma. The controlled release facilitates the OEO microparticles to be released at a specific time or place, expanding the area of application of these food ingredients. This work aims to characterize the emulsion and its OEO microparticles prepared with 25% gum arabic (GA) and 75% modified starch (AM) produced by spray drying, to evaluate the microparticles release profile in a model system using the response surface methodology, and to evaluate the kinetic microparticles release profile. The emulsion was analyzed for total solids content, viscosity, zeta potential and optical microscopy. The microparticles were characterized for water activity, moisture, solubility, wettability, zeta potential, morphology and size. The effects of agitation and temperature in a model system were evaluated in the release profile of carvacrol (major compound) present in the microparticles through the diffusion mechanism, and the microparticle release kinetics was evaluated using zero order, first order, Higuchi and Korsmeyer- Peppas models. The emulsion obtained 11.27 mPa.s of viscosity, 9.62% of total solids content and -2.73 mV of zeta potential. Oregano essential oil emulsion droplets, characterized by optical microscopy, presented dispersion, rounded shape and heterogeneous sizes. The microparticles presented mean values of water activity, moisture, solubility and size equal to 0.13; 2.20%; 69.55% and 15.75 μ m, respectively. The wettability was considered high (19.50 minutes), and the zeta potential obtained value equal to -9.09 mV. The micrographs showed spherical, hollow, concave and rough surface microparticles, varied sizes and agglomeration tendency. Microencapsulation efficiency obtained 80.41% mean value. The lowest release of carvacrol (37%) was observed at 10 °C and agitation at 50 rpm. The main release mechanism, observed in release kinetics, was diffusion, and the model that best fitted was Korsmeyer-Peppas with R^2 values above 0.94 and 0.98, at 25 °C and 40 °C, respectively.

Keywords: Microencapsulation. Spray drying. *Origanum vulgare*. Controlled release.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Orégano e óleo essencial de orégano.	29
Figura 2 – Estrutura química do carvacrol (A) e timol (B).	30
Figura 3 – Diferentes estruturas morfológicas das micropartículas, (a) microcápsula, (b) microesfera, (c) microcápsula multiparede e (d) microesfera multinuclear e multiparede.	33
Figura 4 – A) Imagem do equipamento spray dryer utilizado na microencapsulação do óleo essencial de orégano, B) Esquema representativo da secagem por atomização no equipamento spray dryer.	34
Figura 5 – Estrutura molecular da goma arábica.	38
Figura 6 – Esquema do processo de modificação química do amido levando à formação do amido octenilsuccinato.	40
Figura 7 – Mecanismo de Liberação controlada de ingredientes alimentícios.	44
Figura 8 – Diagrama de fluxo das etapas de execução do projeto.	50
Figura 9 – Microscopia óptica da emulsão obtida pela combinação dos materiais de parede goma arábica e amido modificado Capsul® e do óleo essencial de orégano, visualizadas em diferentes regiões da emulsão com lentes objetivas de aumento 40X (A1 e A2) e 100X (B1 e B2).	62
Figura 10 – Micrografias eletrônicas de varredura das micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas com 25% de goma arábica (GA) e 75% amido modificado (AM) Capsul®, com ampliações de 500, 1.000 e 2.000 vezes.	68
Figura 11 – Micrografias eletrônicas de varredura de micropartículas com óleo essencial de orégano (A) e micropartículas sem óleo essencial de orégano (B), com ampliação de 5.000 vezes.	69
Figura 12 – Perfil espectrofotométrico do padrão de carvacrol (CAR), do óleo essencial de orégano (OEO), do branco, do carvacrol total (CT) e carvacrol na superfície das micropartículas (CS), onde: A – mistura do padrão de CAR, GA, AM e hexano; B – mistura do OEO, GA, AM e hexano; C – mistura de GA, AM e hexano; D – micropartículas de OEO e hexano (extração superficial); E – micropartículas de OEO e hexano (extração total).	72
Figura 13 – Curva do padrão de carvacrol usada para a análise de eficiência da microencapsulação.	73
Figura 14 – Curva do padrão de carvacrol usada para a análise de liberação controlada e cinética de liberação.	75

Figura 15 – Superfície de resposta para liberação de carvacrol (%) das micropartículas de óleo essencial de orégano, em relação à variação de temperatura (°C) e agitação (rpm).....	77
Figura 16 – Cinética de liberação do carvacrol das micropartículas de óleo essencial de orégano nas temperaturas controladas de 10°C, 25°C e 40°C.....	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Fatores que afetam a eficiência da microencapsulação.	32
Tabela 2 – Classificação de partículas com base no tamanho.	32
Tabela 3 – Materiais de parede utilizados na microencapsulação de ingredientes alimentícios.	37
Tabela 4 – Delineamento Composto Central Rotacional usado no ensaio de liberação controlada do óleo essencial de orégano microencapsulado, Diamantina-MG, 2016.	56
Tabela 5 – Valores médios e desvio padrão (n=3) de sólidos totais, viscosidade e potencial zeta da emulsão de óleo essencial de orégano.	59
Tabela 6 – Média e desvio padrão (n=3) das propriedades de caracterização das micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas por secagem por atomização.	63
Tabela 7 – Resultado obtido do delineamento composto central rotacional para a liberação de carvacrol presente nas micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas por secagem por atomização.	76
Tabela 8 – Coeficiente de regressão de segunda ordem para a liberação de carvacrol (CAR) contido nas micropartículas de óleo essencial de orégano.	76
Tabela 9 – Parâmetros dos modelos cinéticos obtidos para a liberação controlada do carvacrol no sistema modelo óleo mineral, às temperaturas de 10°C, 25°C e 40° C.	80

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E SÍMBOLOS

Aa	Atividade de água
Abs	Absorbância
AM	Amido modificado
AOAC	Associação Oficial de Química Analítica
β	Beta
C	Concentração
CAPSUL	Amido de milho modificado quimicamente
CAR	Carvacrol
CMC	Carboximetilcelulose
CPS	Concentrado proteico de soja
CS	Concentração superficial
CT	Concentração total
DCCR	Delineamento Composto Central Rotacional
DE	Dextrose
exp	Exponencial
EM	Eficiência da microencapsulação
FDA	Federal Drug Administration
g	Gramas
GA	Goma arábica
IN	Inulina
IPS	Isolado proteico de soja
K	Constante cinética
LAMMA	Laboratório Multiusuário de Microscopia Avançada
MD	Maltodextrina
MD DE10	Maltodextrina dextrose 10
MD DE20	Maltodextrina dextrose 20
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
min	Minutos
mL	Mililitros
mPa.s	Milipascal por segundo

mV	Milivolts
n	Expoente de liberação
nm	Nanômetros
OE	Óleo essencial
OEO	Óleo essencial de orégano
OM	Óleo mineral
OSA	Amido octeninsuccinato anidro
Pa.s	Pascal por segundo
%	Porcentagem
R ²	Coefficiente de determinação
ζ	Potencial zeta
t	Tempo
°C	Temperatura em graus Celsius
U	Umidade
UR	Umidade relativa
UV	Luz ultravioleta
μL	Microlitros

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	23
2 OBJETIVOS	27
2.1 Objetivo Geral	27
2.2 Objetivos Específicos	27
3 REFERENCIAL TEÓRICO	29
3.1 Orégano e óleo essencial de orégano	29
3.2 Microencapsulação	31
3.3 Microencapsulação por secagem por atomização.....	34
3.4 Material de parede.....	36
3.4.1 Goma arábica.....	37
3.4.2 Amido modificado.....	39
3.5 Propriedades da emulsão	41
3.6 Propriedades das micropartículas	42
3.7 Liberação controlada	44
3.8 Cinética de Liberação.....	46
4 MATERIAIS E MÉTODOS	49
4.1 Materiais.....	49
4.2 Métodos	49
4.2.1 Preparo da emulsão	50
4.2.2 Caracterização da emulsão de óleo essencial de orégano.....	51
4.2.2.1 Sólidos totais	51
4.2.2.2 Viscosidade.....	51
4.2.2.3 Potencial Zeta.....	51
4.2.2.4 Microscopia óptica da emulsão.....	51
4.2.3 Microencapsulação por secagem por atomização	52

4.2.4 Caracterização das micropartículas de óleo essencial de orégano	52
4.2.4.1 Atividade de água.....	52
4.2.4.2 Umidade.....	52
4.2.4.3 Solubilidade	53
4.2.4.4 Molhabilidade	53
4.2.4.5 Potencial Zeta	53
4.2.4.6 Morfologia das micropartículas	53
4.2.4.7 Tamanho das micropartículas	54
4.2.5 Eficiência da microencapsulação	54
4.2.6 Planejamento experimental	55
4.2.7 Liberação controlada	57
4.2.8 Cinética da liberação	58
4.2.9 Análise estatística	58
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	59
5.1 Caracterização da emulsão de óleo essencial de orégano	59
5.1.1 Sólidos totais.....	59
5.1.2 Viscosidade	60
5.1.3 Potencial zeta.....	61
5.1.4 Microscopia óptica	61
5.2 Caracterização das micropartículas de óleo essencial de orégano	63
5.2.1 Atividade de água e Umidade	63
5.2.2 Solubilidade.....	65
5.2.3 Molhabilidade.....	65
5.2.4 Potencial zeta.....	66
5.2.5 Morfologia das micropartículas	67
5.2.6 Tamanho das micropartículas	70
5.3 Eficiência da microencapsulação	71

5.4 Liberação Controlada	74
5.5 Cinética de liberação	79
6 CONCLUSÃO.....	83
REFERÊNCIAS	85
ANEXO A.....	99
ANEXO B.....	101
ANEXO C.....	103
ANEXO D.....	107

1 INTRODUÇÃO

O setor de alimentos é uma área ampla que tem experimentado, cada dia mais, o surgimento de novas tecnologias, visando trazer mais praticidade para a vida do consumidor com produtos diferenciados e com forte apelo ao aspecto sensorial e nutricional.

Atualmente o perfil dos consumidores e os conceitos de qualidade têm se alterado, levando as pessoas a preferirem alimentos mais saudáveis contendo ingredientes naturais. Esta tendência tem feito com que os pesquisadores do setor de alimentos busquem alternativas para substituir produtos sintéticos pelos naturais, que em geral tendem a ser mais seguros (YANISHLIEVA; MARINOVA, 2001). Além disso, tem sido demonstrada a aplicação de tais produtos nos alimentos através do emprego de novas tecnologias, de forma a manter e/ou realçar a qualidade sensorial dos alimentos.

Neste contexto, o desenvolvimento de novos produtos alimentícios enriquecidos com compostos naturais ativos tem se tornado objeto de estudo e vem sendo bastante explorado nas pesquisas do setor com o intuito de promover no alimento qualidade, prolongar sua vida de prateleira, tornar seus sabores e aromas desejáveis, além de prevenir doenças, por meio do consumo regular. Entre os compostos associados a esses benefícios se destacam os fenóis, importante classe de antioxidantes naturais, presentes apenas em materiais de origem vegetal (ARTAJO *et al.*, 2006), como óleos essenciais (OE).

Os óleos essenciais, que são compostos naturais voláteis e complexos, caracterizados por um forte odor, cuja síntese provem de plantas aromáticas geralmente oriundas de países quentes (ASENSIO *et al.*, 2017; MACHADO; JUNIOR, 2011), têm apresentado boa aceitação para aplicação em produtos alimentícios pelos benefícios que oferecem, tais como conferir sabor e aroma agradáveis, e também propriedades antimicrobianas e antioxidantes (BIZZO, 2009; MAJEED *et al.*, 2015). Entre os tipos de óleos essenciais aplicados em alimentos se destaca o óleo essencial de orégano (OEO).

O orégano (*Origanum vulgare*) é uma planta com origem nos países mediterrâneos, utilizado como ingrediente alimentício devido seu sabor agradável, e cujo OE apresenta propriedades antioxidantes e antimicrobianas (FIGIEL *et al.*, 2010; MURIEL-GALET *et al.*, 2015; OLMEDO; NEPOTE; GROSSO, 2014), que são associadas aos seus componentes majoritários, carvacrol (CAR) e timol (JORGE; VERONEZI; RÉ, 2015), importantes compostos fenólicos. O óleo essencial de orégano é uma boa alternativa para aplicação nos alimentos conferindo sabor e aroma agradáveis, além de conservá-los aumentando sua vida de prateleira (BEIRÃO-DA-COSTA *et al.*, 2012; FIGIEL *et al.*, 2010).

Entretanto a aplicação dos OEs na sua forma convencional é limitada, pois ele contém compostos voláteis instáveis e frágeis que precisam ser protegidos de fatores ambientais externos como luz, oxigênio, calor e umidade (ASBAHANI *et al.*, 2015; DESAI; PARK, 2005; HIJO *et al.*, 2015). Assim, a microencapsulação surge como uma boa alternativa para a promover uma maior estabilidade e proteção dos compostos instáveis presentes nos OEs e garantir seu armazenamento por maior tempo (HIJO *et al.*, 2015), pois permite que ingredientes sensíveis a fatores externos estejam fisicamente aprisionados em uma matriz homogênea ou heterogênea, visando sua proteção (CALVO *et al.*, 2011; COSTA *et al.*, 2015-a, b; COSTA *et al.*, 2013; GHARSALLAOUI *et al.*, 2007; HIJO *et al.*, 2015). A microencapsulação consiste, basicamente, no revestimento do ingrediente de interesse por uma membrana protetora, e pode ser realizada através de métodos físicos, químicos e físico-químicos.

Como na indústria de alimentos grande parte dos compostos que serão encapsulados são líquidos, frequentemente são empregados processos de secagem como o *spray drying*, também conhecida por secagem por atomização (EDRIS *et al.*, 2016; FERNANDES *et al.*, 2014; RAY; RAYCHAUDHURI; CHAKRABORTY, 2016). Este método atua proporcionando uma rápida evaporação da água do composto a ser microencapsulado e mantém uma baixa temperatura nas partículas produzidas (RIGON; NORENÁ, 2016), de maneira a propiciar uma maior retenção da cor, sabor e nutrientes. Este método consiste no bombeamento do material fluido para câmara de secagem através de um sistema de atomização, removendo a umidade do material, quebrando-o em pequenas gotículas e obtendo um pó seco (ROCHA; FÁVARO-TRINDADE; GROSSO, 2012), cuja qualidade depende das características do fluido de alimentação, do ar de secagem, do contato entre o ar quente e as gotículas na câmara de secagem e do tipo de equipamento utilizado (FERRARI; GERMER; AGUIRRE, 2012).

Em relação ao OEO, a microencapsulação propicia ao mesmo a capacidade de ser empregado como ingrediente em diversos produtos alimentícios na forma de micropartículas em pó, e por meio de sua liberação de maneira controlada oferecer ao consumidor um produto diferenciado, com uma maior vida de prateleira, sendo uma boa alternativa para a preservação dos alimentos (COSTA *et al.*, 2013), além de conferir vantajosas propriedades organolépticas.

A seleção do material de parede, produto que cria a membrana protetora em torno do ingrediente alimentício, é muito importante para a eficiência da encapsulação e liberação controlada, sendo os polímeros mais utilizados goma arábica, maltodextrina e amidos modificados (KANAKDANDE; BHOSALE; SINGHAL, 2007).

A liberação controlada é uma das grandes vantagens da microencapsulação, sendo um método através do qual um ou mais materiais ativos se encontram disponíveis no local desejado e numa taxa específica. Assim, através da microencapsulação o ingrediente alimentício pode ficar separado do ambiente a que será exposto, sendo liberado no local determinado em um período dentro do esperado através de estímulos específicos de natureza química e/ou física (SOBRINHO; FARIAS, 2012). Portanto, a liberação controlada favorece a disponibilidade de micronutrientes e/ou compostos ativos encapsulados, amplia a área de aplicação de ingredientes alimentícios, garante uma dosagem ideal melhorando a relação custo-eficácia do produto (MOZAFARI *et al.*, 2006), beneficiando o consumidor.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

Avaliar o perfil de liberação do óleo essencial de orégano microencapsulado através do método de secagem por atomização.

2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar as emulsões de óleo essencial de orégano através das análises químicas e físicas: potencial zeta, viscosidade e porcentagem de sólidos totais;
- Analisar a microestrutura das emulsões por microscopia óptica;
- Produzir micropartículas de óleo essencial de orégano utilizando goma arábica e amido modificado como materiais de parede através do método de secagem por atomização;
- Caracterizar as micropartículas por meio das análises físicas, químicas e físico-químicas: atividade de água, umidade, solubilidade, molhabilidade, potencial zeta e tamanho;
- Avaliar a eficiência da microencapsulação através de espectrofotometria;
- Analisar a morfologia das micropartículas por microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Avaliar o mecanismo de liberação controlada do composto majoritário das microcápsulas de óleo essencial de orégano (carvacrol), e obter seu perfil cinético de liberação em um sistema modelo.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Orégano e óleo essencial de orégano

O orégano é uma planta pertencente à família Lamiaceae, sendo encontradas aproximadamente 3.500 espécies de plantas dessa família, entre as quais a maioria são aromáticas, incluindo o orégano (*Origanum vulgare*) (ALINKINA; MISHARINA; FATKULLINA, 2013). Este é uma importante erva, rica em compostos fenólicos com forte capacidade antioxidante e antibacteriana, sendo amplamente empregada para prolongar a vida de prateleira de alimentos (FIGIEL *et al.*, 2010). Seus benefícios estão geralmente associados aos seus dois principais componentes: timol e carvacrol (ALINKINA; MISHARINA; FATKULLINA, 2013; JORGE, VERONEZI; RÉ, 2015). O óleo essencial de orégano vem sendo utilizado pelos mais variados ramos da indústria, devido aos benefícios supracitados, com destaque para o de alimentos, onde é empregado como ingrediente de sabor, aroma e como conservante natural. Na Figura 1 é mostrado o aspecto da erva aromática bem como o seu produto formulado, o OEO.

Figura 1 – Orégano e óleo essencial de orégano.



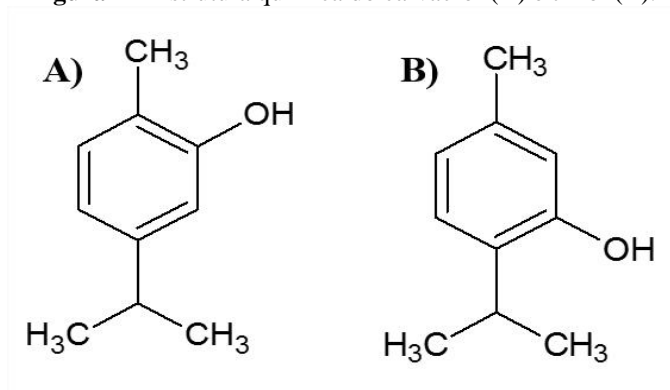
Fonte: GOOGLE IMAGENS, 2017.

Os óleos essenciais são líquidos aromáticos biosintetizados pelo metabolismo secundário de diferentes partes das plantas como flores, ervas, folhas, brotos, frutas, galhos, cascas, sementes, raízes e madeira (ASBAHANI *et al.*, 2015; CABARKAPA; DURAGIC; KOSTADINOVIC, 2016), e cuja extração pode ser feita através de diferentes métodos.

A composição química dos óleos essenciais é bastante complexa, sendo estes formados por uma mistura de diversas classes de substâncias incluindo, álcoois, terpenos, ésteres, aldeídos, cetonas, fenóis, éteres e outros compostos minoritários que são frequentemente utilizados na indústria de alimentos como aromatizantes (BOTREL *et al.*, 2012). Esta propriedade sensorial está associada, em especial, aos principais compostos fenólicos dos OEs que são eugenol, timol e carvacrol, que também têm mostrado propriedades antimicrobianas e antioxidantes (ALINKINA; MISHARINA; FATKULLINA, 2013; TONGNUANCHAN; BENJAKUL, 2014).

De acordo com Arfa *et al.* (2007) e com Guarda *et al.* (2011), o carvacrol (2-metil-5-(1-metiletil)-fenol), cuja fórmula estrutural é mostrada na Figura 2, é o composto majoritário do OEO (50-86%), sendo um monoterpene fenólico com um grupo hidroxila, e apresenta como isômero o timol (Figua 2) (CABAKARPA; DURAGIC; KOSTADINOVIC, 2016).

Figura 2 – Estrutura química do carvacrol (A) e timol (B).



De acordo com a Federal Food and Drug Administration (FDA), o emprego do carvacrol, presente no OEO, em alimentos é permitido e considerado como um ingrediente seguro para consumo (SUNTRES; COCCIMIGLIO; ALIPOUR, 2015). Entre seus diversos benefícios, o uso do carvacrol pode proporcionar ao alimento uma boa proteção antimicrobiana, além de conferir propriedades sensoriais aceitáveis (ARRIETA *et al.*, 2014). Porém, a instabilidade do carvacrol presente no óleo essencial, propicia a sua degradação imediata que pode ser através da oxidação, volatilização, aquecimento e luz, caso não seja protegido de fatores ambientais externos. Tal proteção contra fatores de degradação pode conferir ao óleo essencial de orégano, uma maior duração da sua ação e promover sua liberação de forma controlada (ASBAHANI *et al.*, 2015), uma alternativa viável que garante a proteção e aumenta a estabilidade dos OEs é a microencapsulação.

3.2 Microencapsulação

A microencapsulação é definida como um processo em que pequenas partículas ou gotículas são rodeadas por um revestimento ou incorporadas em uma matriz homogênea ou heterogênea, formando pequenas cápsulas e assim promovendo uma barreira física entre a substância de interesse e os outros componentes do produto (ZHANG *et al.*, 2015).

A tecnologia da microencapsulação vem ganhando destaque no setor alimentício, além de ter aplicação em outras áreas como farmacêutica e de cosméticos (ETCHEPARE *et al.*, 2015), devido à promoção de uma barreira física formada entre a substância a ser protegida e os materiais de parede (ESTEVINHO *et al.*, 2013).

Diversos ingredientes, aditivos e coadjuvantes da indústria de alimentos podem ser microencapsulados tais como acidulantes, agentes aromatizantes, adoçantes, corantes, lipídios, vitaminas, minerais, enzimas e microrganismos (DESAI; PARK, 2005). Esses ingredientes são denominados núcleo ou agente ativo e o revestimento é chamado material de parede, carreador ou encapsulante (MADENE *et al.*, 2006).

De acordo com Favaro-Trindade, Pinho e Rocha (2008) e Costa *et al.* (2015) a microencapsulação é aplicada na indústria de alimentos por motivos que vão além da proteção, como por exemplo na melhoria das propriedades do material encapsulado, mascarar características organolépticas indesejáveis como odor, cor e sabor, e transformação do estado físico das substâncias de tal maneira a favorecer a manipulação; reduzir a volatilidade e perda de substâncias, e aumentar a conservação e proteção contra fatores ambientais adversos como luz, umidade, calor e oxigênio.

Para o método de microencapsulação ser considerado ótimo e ter sua eficiência comprovada vários fatores devem ser considerados, como explicitado na Tabela 1.

Tabela 1 – Fatores que afetam a eficiência da microencapsulação.

Tipo de material do núcleo	Peso molecular
	Volatilidade
	Polaridade
	Concentração
Material de parede	Tipo
	Capacidade emulsificante
	Capacidade de formar filme
	Teor de sólidos
Emulsão	Viscosidade
	Tamanho da partícula
	Estabilidade
	Método de emulsificação
Parâmetros de secagem	Temperatura de alimentação
	Temperatura de entrada e saída de ar
	Fluxo e umidade do ar
	Tamanho da partícula do pó

Fonte: CAMPELO-FÊLIX (2014) e JAFARI *et al.* (2008). Adaptado.

A microencapsulação de OEs bem como de outros compostos ativos geralmente ocorre em duas etapas: (I) preparação de uma emulsão homogênea do composto volátil em uma dispersão aquosa do material de parede que também funciona como um emulsionante; (II) a emulsão é seca sob condições controladas, a fim de evitar perda de material por volatilização (NAZZARO *et al.*, 2012).

Através da microencapsulação a substância de interesse é transformada em micropartículas que é classificada em relação ao tamanho e morfologia, dependendo do material de parede e do método de microencapsulação empregado (BAKRY *et al.*, 2015; ESTEVINHO *et al.*, 2013; NUNES *et al.*, 2015). Na Tabela 2 são descritos os tamanhos das partículas, entre os quais o tamanho que pode ser obtido na microencapsulação.

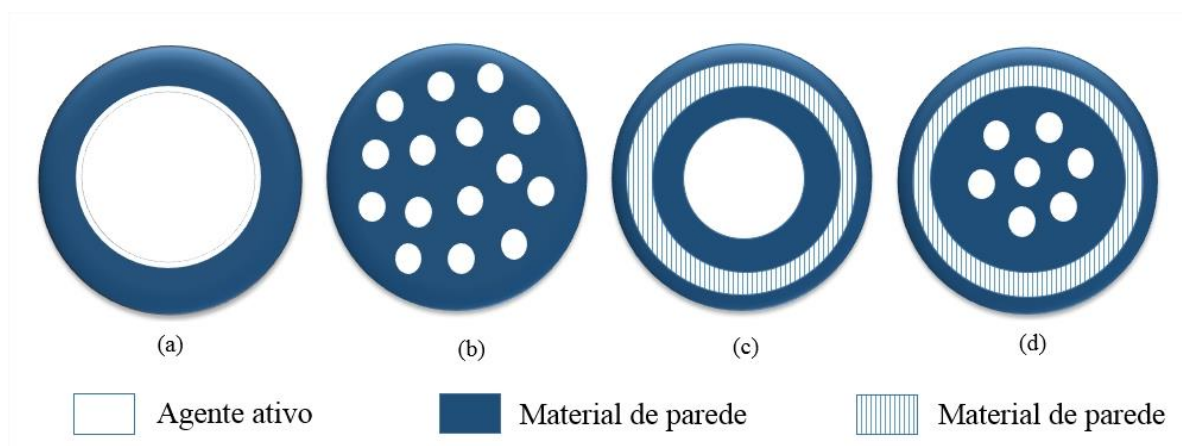
Tabela 2 – Classificação de partículas com base no tamanho.

Denominação	Tamanho
Nanopartícula	< 0.2 μm
Micropartícula	0.2-5.000 μm
Macropartícula	> 5.000 μm

Fonte: SILVA *et al.*, 2014.

Com base na morfologia as micropartículas apresentam dois formatos: microcápsula ou sistema reservatório e microesfera ou sistema matricial (SILVA *et al.*, 2003). A diferença entre as morfologias é que na microcápsula o agente ativo se encontra na região central da partícula, enquanto na microesfera o agente ativo pode estar disperso no material de parede (ESTEVINHO *et al.*, 2013; NUNES *et al.*, 2015). “Contudo, o termo “encapsulação” tem sido empregado em seu sentido mais amplo englobando tanto a formação de microcápsulas como de microesferas” (NUNES *et al.*, 2015, p. 134). As micropartículas podem apresentar ainda estruturas mais complexas como microcápsulas de multiparedes e microesferas multinucleares e multiparedes (NESTERENKO *et al.*, 2013), conforme mostrado na Figura 3.

Figura 3 – Diferentes estruturas morfológicas das micropartículas, (a) microcápsula, (b) microesfera, (c) microcápsula multiparede e (d) microesfera multinuclear e multiparede.



Fonte: NESTERENKO *et al.*, (2013), p. 470. Adaptado.

Na produção das micropartículas podem ser empregados diferentes métodos, cuja escolha vai depender da substância a ser microencapsulada, da aplicação da micropartícula e do mecanismo de liberação controlada. Através da combinação do agente ativo e do material de parede, os métodos de microencapsulação são classificados como (BARRETO *et al.*, 2015):

- Métodos físicos: *spray drying*, *spray cooling*, recobrimento em leito fluidizado, extrusão centrífuga e pulverização em banho térmico.
- Métodos químicos: inclusão molecular e polimerização interfacial;
- Métodos físico-químicos: coacervação, envolvimento lipossômico e pulverização em agente formador de reticulação.

Entre todos os métodos de microencapsulação o mais utilizado é a secagem por atomização devido à sua facilidade de operação e ao baixo custo benefício quando comparado aos demais métodos (CARMO; FERNANDES; BORGES, 2015).

3.3 Microencapsulação por secagem por atomização

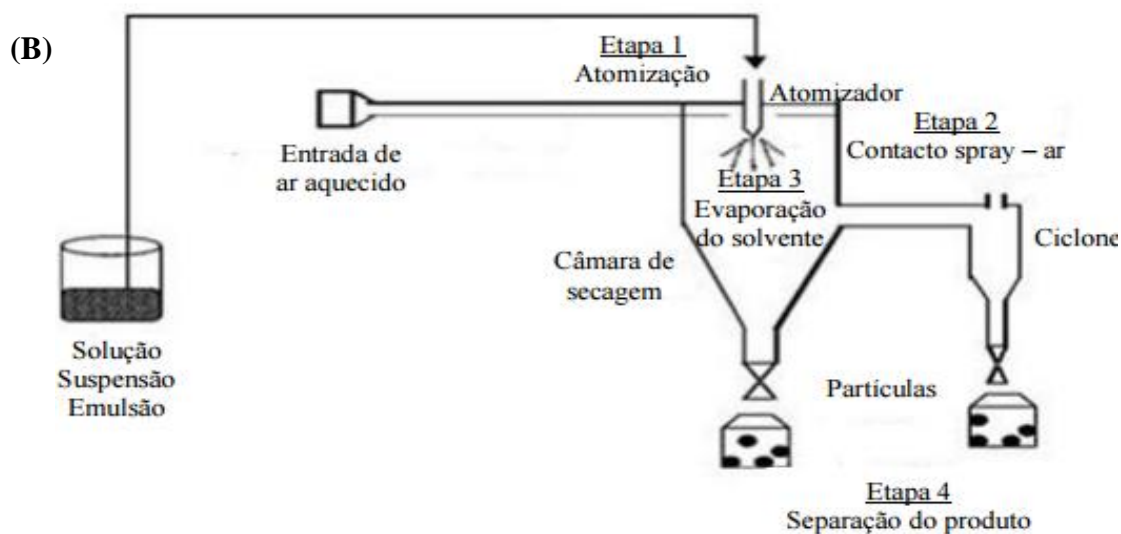
A secagem por atomização, também conhecida por *spray drying* (SOUZA *et al.*, 2015), é uma técnica largamente utilizada na microencapsulação de ingredientes alimentícios (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2013). Sua utilização principiou no final do ano de 1950 e, desde então vem sendo utilizada com o intuito de proporcionar aos óleos aromáticos proteção contra oxidação e/ou degradação, além de facilitar o manuseio dos produtos com a conversão de líquidos em pó (DESAI; PARK, 2005).

No setor alimentício a secagem por atomização é utilizada na encapsulação de diversos produtos tais como vitaminas, corantes, aromatizantes secos, gorduras e óleos aromáticos, compostos aromáticos, enzimas, entre outros (RAY; RAYCHAUDHURI; CHAKRABORTY, 2016). O material a ser microencapsulado pode se encontrar na forma de solução, emulsão, suspensão ou pasta (KESHANI *et al.*, 2015). A Figura 4 mostra em A) a imagem do equipamento spray dryer, utilizado na técnica de secagem por atomização e em B) de forma esquematizada as etapas necessárias ao processo de microencapsulação utilizando o esquema descrito.

Figura 4 – A) Imagem do equipamento spray dryer utilizado na microencapsulação do óleo essencial de orégano, B) Esquema representativo da secagem por atomização no equipamento spray dryer.

(A)





Fonte: EMPRESA LABMAQ DO BRASIL (A); RÉ, 1998. Adaptado (B).

As variáveis mais importantes deste método são a temperatura de entrada e saída de ar do sistema, o fluxo de ar ou fluido de arraste, a distribuição da temperatura e umidade, o tempo de permanência e a temperatura da câmara. Estes parâmetros junto com as características do agente ativo e do material de parede determinam a eficiência da encapsulação (NUNES *et al.*, 2015).

A secagem por atomização, quando comparada as outras técnicas, apresenta um custo relativamente baixo, rapidez e eficiência (CAMPELO *et al.*, 2018; DIAS *et al.*, 2017). Outras vantagens incluem a alta qualidade das micropartículas produzidas e o bom rendimento, rápida solubilidade, tamanho pequeno das partículas e sua alta estabilidade (MADENE *et al.*, 2006), boa retenção de compostos voláteis (HUERTAS, 2010), além da possibilidade de aplicação em escala industrial (AZEREDO, 2005).

Já as principais razões que limitam a microencapsulação por secagem por atomização são a limitação na escolha dos materiais de parede (devem apresentar baixa viscosidade em concentrações relativamente altas, e boa solubilidade em água), não produz micropartículas de tamanho uniforme, não é indicada para materiais sensíveis ao calor (MADENE *et al.*, 2006), as micropartículas por serem um pó fino necessitam de rápido processamento, além da tendência a uma menor estabilidade oxidativa devido à alta temperatura utilizada durante a atomização (BAKRY *et al.*, 2015).

3.4 Material de parede

Os materiais de parede ou encapsulantes são substâncias que formam uma película em torno do agente ativo conferindo-lhe características desejáveis (SOBRINHO; FARIAS, 2012). Para que possam ter aplicação nos alimentos, estes materiais devem ser de grau alimentar, biodegradáveis e capazes de formar uma barreira entre o agente ativo e o meio (ZHANG *et al.*, 2015).

A seleção do material de parede é um requisito importante na microencapsulação, porque causa impacto direto na eficiência da microencapsulação, na estabilidade e na adequação da microcápsula (COSTA *et al.*, 2015; GHARSALLAOUI *et al.*, 2007).

O material de parede ideal deve apresentar algumas características importantes, que consistem em: apresentar baixa viscosidade em concentrações elevadas e fácil manipulação durante o processo; ter baixa higroscopicidade, para facilitar a manipulação e evitar aglomeração; não reagir com o agente ativo; possuir habilidade de selar e segurar o agente ativo dentro da estrutura da cápsula; liberar completamente o solvente ou outros materiais utilizados durante o processo de encapsulação; proporcionar máxima proteção ao agente ativo contra condições adversas como luz, pH, oxigênio e ingredientes reativos; ter solubilidade em solventes comumente utilizados; possuir propriedades desejadas de liberação do agente ativo; não apresentar sabor desagradável quando sua aplicação for de uso oral e ser econômico (SANTOS; FERREIRA; GROSSO, 2001; SHAHIDI; HAN, 1993).

Desta forma, na escolha do material de parede alguns fatores devem ser levados em consideração, tais como fatores associados às propriedades físicas e químicas do agente ativo (porosidade, solubilidade, entre outros), do material de parede (viscosidade, estabilidade, propriedades mecânicas, transição vítrea, habilidade de formar filmes, etc), além da compatibilidade entre o agente ativo e o material de parede, os mecanismos de controle e fatores econômicos (COSTA *et al.*, 2015; REBELLO, 2009).

Uma ampla variedade de materiais de parede comestíveis pode ser utilizada no processo de microencapsulação, conforme mostrado na Tabela 3. Estes materiais variam de acordo com a finalidade, propiciando ampla aplicação na área de alimentos na qual podem ser utilizados sozinho ou combinado, porém a combinação ideal irá depender da técnica de microencapsulação aplicada (FERNANDES; CANDIDO; OLIVEIRA, 2012; OLIVEIRA; PETROVICK, 2010).

Tabela 3 – Materiais de parede utilizados na microencapsulação de ingredientes alimentícios.

Categoria	Principais materiais
Carboidratos	Amido, maltodextrina, quitosana, dextrina, ciclodextrina, amido modificado
Celulose	Carboximetilcelulose, metilcelulose
Gomas	Goma arábica, goma gar, ágar, carragena, alginato de sódio
Lipídios	Cera, parafina, cera de abelha, diacilglicerol, óleos, gorduras
Proteínas	Glúten, gelatina, albumina, caseína, peptídeos

Fonte: DESAI e PARK (2005), p. 1367. Adaptado.

Dentre os materiais de parede as gomas têm apresentado bastante aplicação na microencapsulação, e em especial a goma arábica que é considerada um material de parede por excelência. O amido modificado, por sua vez, faz parte do grupo dos carboidratos, que são os materiais mais utilizados devido à habilidade de se ligarem a compostos de sabor, terem ampla diversidade e baixo custo (REBELLO, 2009). O autor citado ressalta ainda que um fator importante a ser considerado na microencapsulação de compostos de sabor é a estabilidade da emulsão, uma vez que estes compostos são geralmente insolúveis em água. Assim, para atuar como emulsificante um material de parede deve ter grupos hidrofílicos e hidrofóbicos, pois quanto maior sua capacidade emulsificante, melhor a retenção de compostos.

Neste contexto a goma arábica (GA) e o amido modificado (AM) são dois representantes dos materiais de parede que têm apresentado ampla aplicação nos métodos de microencapsulação, em destaque à secagem por atomização.

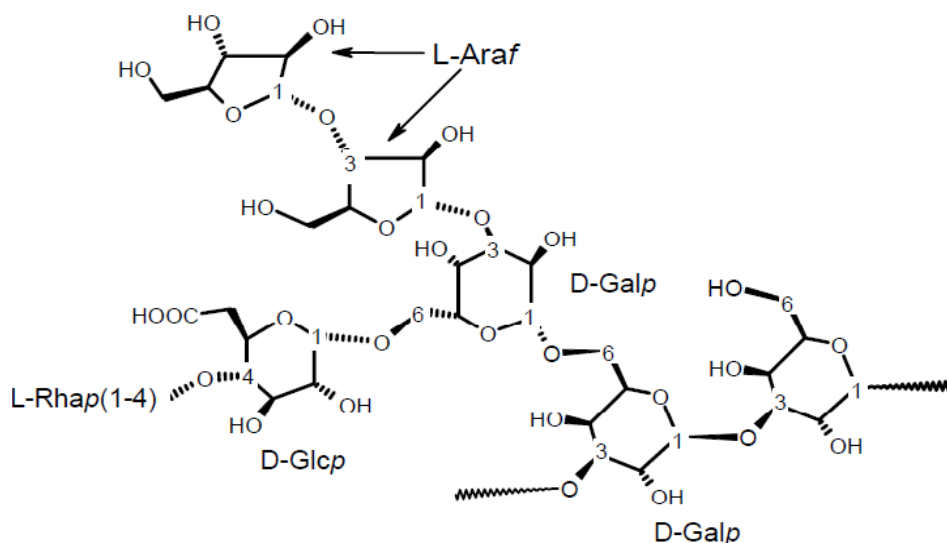
3.4.1 Goma arábica

A goma arábica, também conhecida como goma acácia (AZEREDO, 2005), é um exsudato da árvore acácia, pertencente à família *Leguminosae*, originária de terras semiáridas de países africanos (SUBTIL *et al.*, 2014).

A estrutura química da goma arábica é complexa, conforme mostrado na Figura 5, sendo composta principalmente de glicoproteínas, polissacarídeos, e sais de cálcio, magnésio e

potássio. Sua cadeia polissacarídica é composta de ligações de D-galactose com ramificações de L-ramnose, L-arabinose e ácido L-glicurônico (SUKHOTU *et al.*, 2016). Além disso, contem cerca de 2% de um componente proteico ligado covalentemente a esse arranjo molecular, que exerce papel fundamental na determinação das propriedades emulsificantes da goma (AZEREDO, 2005).

Figura 5 – Estrutura molecular da goma arábica



Fonte: RUTZ, 2013.

A goma arábica é preferida sob as outras gomas por produzir emulsões estáveis com a maioria dos óleos numa larga gama de pH, e também por formar uma película visível na interface do óleo (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007). É considerada um dos materiais de parede mais usados na secagem por atomização, em especial na microencapsulação de óleos e aromas (TONON; GROSSO; HUBINGER, 2011), pois evita a perda de compostos voláteis quando em contato com a atmosfera (MADENE *et al.* (2006).

Entre as vantagens deste material se inclui alta solubilidade, baixa viscosidade, boas propriedades emulsificantes, sabor suave e elevada estabilidade oxidativa. Suas propriedades emulsificantes garantem uma boa capacidade de proteção e conservação de muitos compostos voláteis durante o processo de secagem, mantendo sabores mais suaves (COSTA *et al.*, 2015). A goma arábica também evita a aderência de gotículas na câmara de secagem, produzindo pós livres (FERRARI *et al.*, 2012), o que contribui para o rendimento do produto.

No entanto, a goma arábica tem apresentado algumas limitações que dificultam a sua utilização como ingrediente alimentício, entre elas o custo elevado, a variação na qualidade das gomas e a oferta limitada (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007), visto que é produzida em

regiões sujeitas a variações climáticas e conflitos políticos (VASILE *et al.*, 2016). Assim, muitos pesquisadores têm buscado substituir a goma arábica total ou parcialmente (AZEREDO, 2005), utilizando materiais que irão suprir suas limitações, tais como maltodextrina e amido modificado, e a combinação de materiais de parede diferentes pode ser vantajosa por produzir pós com diferentes propriedades físico-químicas (PISHUT, 2012).

3.4.2 Amido modificado

O amido é a principal fonte de armazenamento de carboidratos em plantas, sendo encontrado principalmente nas sementes, raízes, tubérculos, caules, folhas e frutas. Sua síntese provém de amiloplastos como grânulos com diferentes formas e tamanhos, em diferentes plantas e órgãos (AI; JANE, 2015), e as fontes mais comuns de amido alimentícios são o milho, trigo, arroz, tubérculos e raízes, especialmente a batata, batata doce e mandioca (WEBER; COLLARES-QUEIROZ; CHANG, 2009).

Estruturalmente, o amido é um homopolissacarídeo composto por cadeias de amilose e amilopectina (DENARDIN; SILVA, p. 946, 2009). De acordo com Quiroga (2015), a proporção desses compostos varia permitindo ao mercado oferece três tipos de amido: modificado, resistente e pré-gelificado.

O amido modificado surgiu da necessidade de se oferecer um produto com maiores aplicações alimentares e/ou industriais (CORRE; ANGELLIER-COUSSY, 2014). Sendo assim, a modificação oferece algumas vantagens importantes como diminuir a retrogradação e a tendência das pastas em formarem géis; aumentar a estabilidade das pastas ao resfriamento e descongelamento; alterar a transparência dos géis e a adesividade; melhorar a textura das pastas ou géis e a formação de filmes; adicionar grupamentos hidrofóbicos e introduzir poder emulsificante (SILVA *et al.*, 2006).

As modificações no amido podem ocorrer através de métodos físicos ou químicos, visando acentuar características favoráveis, reduzir características indesejáveis (como alta viscosidade e susceptibilidade a retrogradação) ou adicionar novos atributos (CORRE; ANGELLIER-COUSSY, 2014).

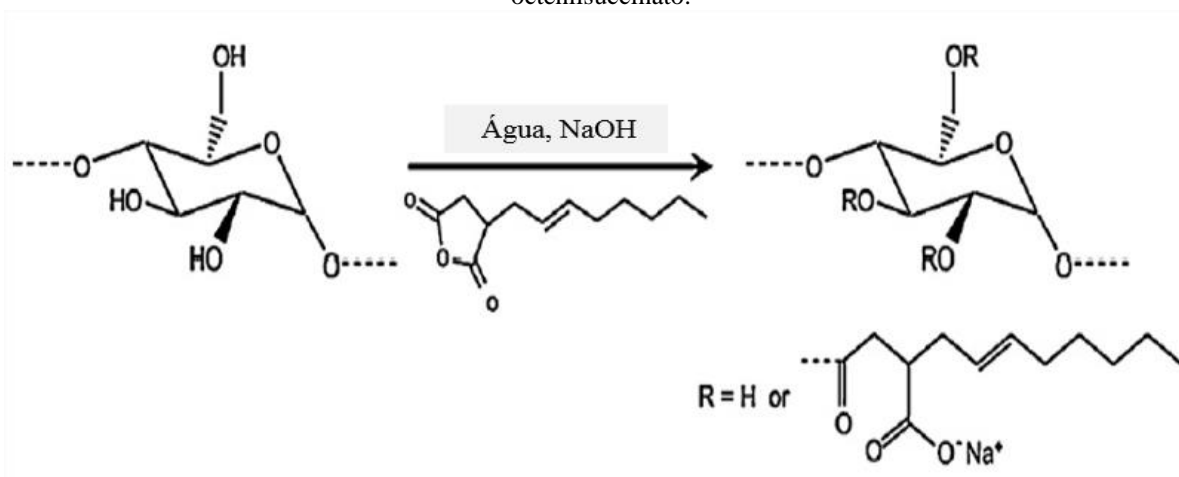
As mudanças físicas que ocorrem no amido são, basicamente, por exposição à radiação e emprego de calor. Já as alterações químicas surgem pelo emprego de reagentes específicos que mudam a estrutura do amido, ou por ação enzimática (SILVA *et al.*, 2006).

O amido e seus derivados (maltodextrina, β -ciclodextrinas e amido modificado) possuem propriedades desejáveis que os tornam preferidos na encapsulação, tais como baixa viscosidade, alto teor de sólidos e boa solubilidade. Estes materiais apresentam, portanto, boa aceitação na indústria de alimentos com a finalidade de reter e proteger compostos voláteis. Além disso, podem agir como transportadores na encapsulação de aromas, substitutos de gordura e como estabilizantes de emulsão (MADENE *et al.*, 2006). Entretanto, algumas desvantagens do amido modificado são o gosto indesejável e a não oferta de uma boa proteção contra a oxidação de aromatizantes (KRISHNAN; BHOSALE; SINGHAL, 2005).

Apesar das limitações, o amido modificado é uma boa opção como material de parede devido sua capacidade de retenção de compostos voláteis. E dentre os diversos tipos de amido existentes, o amido octenilsuccinato tem apresentado bons resultados nas pesquisas como material de parede (FERNANDES; BORGES; BOTREL, 2014; HE *et al.*, 2016).

O amido octenilsuccinato (Figura 6), comercialmente chamado por Capsul® (ROCHA; FÁVARO-TRINDADE; GROSSO, 2012), é o amido de milho modificado quimicamente. Este amido, que é normalmente hidrofílico, através de uma reação de esterificação reage com o ácido octenilsuccinato anidro (OSA) ganhando um elemento hidrofóbico, sob a forma de grupos octenil, resultando em moléculas com caráter anfifílicas e com ampla aplicação, particularmente como emulsificantes, encapsulantes, e na produção de filmes, revestimento e gel (SWEEDMAN *et al.*, 2013; ZHENG *et al.*, 2017).

Figura 6 – Esquema do processo de modificação química do amido levando à formação do amido octenilsuccinato.



Fonte: SWEEDMAN *et al.*, 2013. Adaptado.

Portanto, o amido octenilsuccinato possui uma associação de polímeros hidrofílicos e/ou hidrofóbicos na sua molécula que o torna vantajoso e possibilita a sua utilização em muitos produtos fármacos e alimentícios na produção de micropartículas (DALMORO *et al.*, 2012).

3.5 Propriedades da emulsão

A emulsão consiste em dois líquidos imiscíveis, com um dos líquidos sendo disperso na forma de pequenas gotas no outro líquido, e produzida geralmente com aplicação de força mecânica (GARCIA, 2013). De acordo com Carneiro (2011) como as propriedades da emulsão refletem diretamente na eficiência da microencapsulação, o preparo da emulsão deve ocorrer de forma a resultar na mínima quantidade de óleo na superfície do pó e máxima retenção do agente ativo.

Diversas propriedades podem ser usadas na análise das emulsões, sendo as mais significativas de acordo com Jafari *et al.* (2008) o conteúdo de sólidos totais, viscosidade, estabilidade e tamanho da gota. Outras análises que podem ser aplicadas na caracterização das emulsões são a análise do potencial zeta e microscopia óptica.

Os sólidos totais estão entre os principais compostos associados a eficiência da microencapsulação (NG *et al.*, 2014; JAFARI *et al.*, 2008), visto que desempenham importante função na retenção de compostos voláteis (JAFARI *et al.*, 2008), influenciam nas propriedades físicas-químicas da emulsão e na estabilidade oxidativa das microcápsulas (NG *et al.*, 2014).

A viscosidade desempenha papel importante na eficiência da encapsulação e retenção de óleo (BAKRY *et al.*, 2016), podendo afetar o tamanho das micropartículas bem como a espessura da sua parede (SALVIM *et al.*, 2015). Como conceito, a viscosidade pode ser definida como a medida da resistência a deformação do fluido (NAVAS, 2006), e segundo Battista *et al.* (2015) para que um líquido obtenha uma boa secagem por atomização, sua viscosidade deve ser inferior a 300 mPa.s, pois a alta viscosidade pode causar baixa retenção do agente ativo, devido a lenta formação das gotas, e gerar um maior tempo de exposição durante a atomização (SALVIM *et al.*, 2015). Vale ressaltar que a viscosidade é influenciada por diversos fatores, entre eles a quantidade de sólidos, a distribuição do tamanho das partículas, formato das partículas e variáveis do processo, como temperatura e pressão (BRAGA *et al.*, 2013), tipo e quantidade do material do núcleo e método de homogeneização (JANISZEWSKA; JEDLINSKA; WITROWA-RAJCHERT, 2015).

O potencial zeta (ζ) indica a medida da carga elétrica na superfície da partícula em meio aquoso que determina a estabilidade (KASPAR; JAKUBEC; STEPANEK, 2013), sendo medido pela força de repulsão eletrostática entre as partículas. Valores de potencial zeta variando de -30 a +30 mV indicam instabilidade, já valores abaixo de -30 mV e acima de +30 mV indicam um aumento na estabilidade (KOSEGARTEN-CONDE; JIMÉNEZ-MUNGUÍA, 2012). Estevinho *et al.* (2014) explicam que sistemas com potencial zeta relativamente pequeno são sistemas com tendência a aglomeração.

A microscopia óptica das emulsões avalia a estrutura física das gotas das emulsões, bem como seu impacto na proteção do agente ativo contra os fatores ambientais externos como luz, temperatura, entre outros (AUGUSTIN; SANGUANSRI; BODE, 2006; CARNEIRO, 2011).

3.6 Propriedades das micropartículas

A qualidade das micropartículas pode ser avaliada através de várias análises, entre as quais destacam-se a atividade de água, umidade, solubilidade molhabilidade, tamanho das micropartículas (COSTA *et al.*, 2013), além do potencial zeta (CAZADO; PINHO, 2016; KASPAR; JAKUBEC; STEPANEK, 2013).

A água é o elemento presente em maior quantidade nos alimentos (TONON, 2009). Sua presença pode ocorrer por duas formas: água combinada e água livre (ou não ligada). A água combinada está associada quimicamente a outras substâncias, e é difícil de ser eliminada (EMBRAPA, 2010), portanto não é utilizada como solvente e não favorece reações químicas e microbiológicas. A água livre, por sua vez, também conhecida por atividade de água (Aa), é a água que favorece crescimento microbiano e reações que podem alterar o alimento, sendo determinada por um medidor de atividade de água, cujo valor varia de 0 a 1 (EMBRAPA, 2010). A atividade de água é uma das propriedades mais importantes para o processamento, conservação e armazenamento dos alimentos, quantificando o grau de ligação da água no produto, e conseqüentemente sua disponibilidade para agir como solvente, e participar de transformações químicas, bioquímicas e microbiológicas (DAMODARAN; PARKIN, FENNEMA, 2010).

A umidade (U) é um parâmetro que está relacionado à estabilidade das micropartículas durante o armazenamento. Campelo-Félix (2014) destaca que conhecendo a umidade do pó é possível prever o comportamento das micropartículas quando armazenadas

em locais com diferentes valores de umidade relativa (UR), e assim prever a absorção de água e os danos ao produto. Conforme Masters (1985) para um bom processo de secagem por atomização, as micropartículas não devem apresentar valor de umidade acima de 5%.

A solubilidade está associada a capacidade das micropartículas manterem uma mistura homogênea com a água, gerando uma mistura estável (VISSOTTO *et al.*, 2006), ou seja, a sua capacidade de reconstituir-se em água. Campelo-Félix (2014) ressalta que a solubilidade é um dos pontos críticos considerados pela indústria e consumidores como fator de qualidade do produto, sendo esperado micropartículas com solubilização rápida, gerando uma solução homogênea, sem partículas sobrenadantes ou corpo de fundo. É considerada ainda, segundo Camparino *et al.* (2012) o critério mais confiável para se avaliar o comportamento do pó em solução aquosa.

A molhabilidade, também denominada umectabilidade, é caracterizada pela susceptibilidade das partículas em serem penetradas pela água (VISSOTTO *et al.*, 2006), e depende de fatores como tamanho da partícula, densidade, porosidade, carga da superfície da partícula (TATAR *et al.*, 2014), tamanho e forma da partícula, além da temperatura da água de reconstituição (VISSOTTO *et al.*, 2006). Esta propriedade é medida pelo tempo que as partículas levam para se ficarem completamente submersas, após serem colocadas na superfície de um líquido (TONON, 2009).

O tamanho das partículas, é de fundamental importância quando se trata de alimentos em pó, pois influencia no tempo de reconstituição do produto, além dos processos de embalagem e estocagem (CAMPELO-FÉLIX, 2014). Apresenta ainda importante influência nas características de sabor, cor e textura, que interferem na aceitação do produto final; além de interferir nas propriedades de capacidade de reidratação, solubilidade, dispersibilidade, entre outros (TONON, 2009). Partículas pequenas tendem a ter menos umidade e são menos susceptíveis a danos causados pelo calor, uma vez que a área superficial é maior e o tempo de secagem menor; por outro lado partículas muito grandes estão relacionadas a má qualidade do processo (BARBOSA-CÁNOVAS *et al.*, 2005; BHANDARI, PATEL; CHEN, 2008; CAMPELO-FÉLIX, 2014).

O estudo da morfologia na microencapsulação é relevante, pois segundo Tonon (2009) esse parâmetro caracteriza o formato da micropartícula e sua capacidade de proteger o agente ativo, sendo que micropartículas com estruturas mais lisas conferem uma melhor proteção do agente ativo em comparação a estruturas mais irregulares.

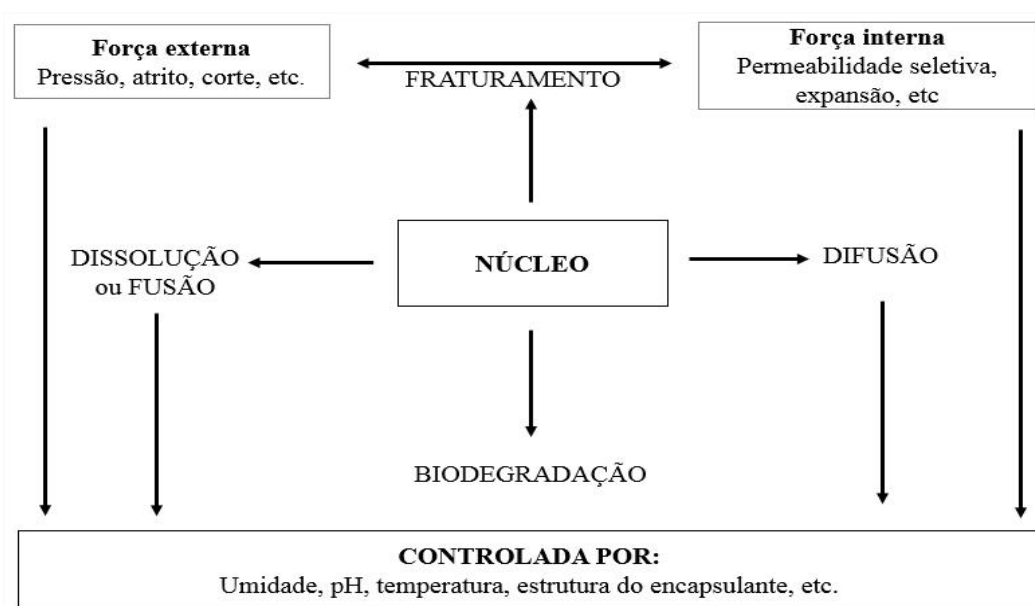
3.7 Liberação controlada

A liberação controlada é uma tecnologia que pode ser empregada para aumentar a eficiência dos diversos aditivos e ingredientes alimentícios. Inicialmente foi empregada na área farmacêutica e posteriormente expandindo para outras áreas, entre elas o setor alimentício (PEREIRA, 2007; POTHAKAMURY; BARBOSA-CANOVÁS, 1995).

Como conceito a liberação controlada é definida como o método pelo qual um ou mais agentes ativos podem ser liberados em um momento e local apropriado, sendo considerada, portanto, uma propriedade extremamente importante nos processos de encapsulação (SILVA *et al.*, 2014). Segundo Dima *et al.* (2016) a microencapsulação e a liberação controlada são aplicadas na indústria de alimentos com o objetivo de assegurar a manutenção das características nutritivas e sensoriais dos alimentos, além de prolongar o período de armazenamento.

A partir das micropartículas uma série de mecanismos de liberação têm sido propostos (Figura 7), com destaque aos mecanismos de dissolução, fratura, biodegradação e difusão (PEREIRA, 2007; SHAHIDI e HAN, 1993). Estes mecanismos geralmente dependem da geometria da partícula e do tipo de material de parede utilizado, e podem ser influenciados pelo solvente, difusão, degradação, fratura da partícula, e ainda pela ação da temperatura, pH e solubilidade do meio (WHORTON, 1995).

Figura 7 – Mecanismo de Liberação controlada de ingredientes alimentícios.



O sistema monolítico matricial, característico da secagem por atomização, é composto por dois tipos de matrizes que irão influenciar a forma de liberação: hidrófila e hidrofóbica (NOKHODCHI *et al.*, 2012). No sistema matricial hidrofílico o agente ativo pode ser liberado por difusão, solvente e outros (PEZZINI; SILVA; FERRAZ, 2007) e a matriz apresenta como materiais de parede carboidratos, gomas, celulosas e proteínas (HUERTAS, 2010). Já no sistema matricial hidrofóbico a liberação ocorre essencialmente por difusão (PEZZINI; SILVA; FERRAZ, 2007), e os materiais de parede podem ser ceras, lipídios e glicerídeos. (NICOLETTI; FRASSON, 2006).

Segundo Jacobs e Mason (1993) os polímeros são especialmente adequados como materiais de parede em sistemas de liberação controlada porque sua mobilidade pode ser modificada, além disso, no geral, polímeros naturais têm pouca ou nenhuma toxicidade, e apresentam diversidade de aplicações que incluem atuar como membrana, envelope ou matriz no qual o ingrediente ativo é disperso ou dissolvido.

Na área alimentícia os mecanismos de liberação mais relevantes são por ação do solvente ou por difusão, sendo este último considerado um dos mais relevantes (AZEREDO, 2005), um dos motivos pelos quais a difusão foi escolhida como mecanismo de liberação neste trabalho.

A difusão consiste no deslocamento do agente ativo através da matriz, passando de uma região mais concentrada para uma de menor concentração (RODRÍGUEZ *et al.*, 2016), e ocorre especialmente quando a micropartícula está intacta (SIVA *et al.*, 2014), sendo controlada pelas limitações da transferência de massa na camada entre a matriz polimérica e o meio. Pothakamury e Barbosa-Canóvas (1995) elegem alguns passos envolvidos na liberação do agente ativo que variam se o agente ativo estiver disperso ou dissolvido na matriz: quando disperso os passos incluem a dissolução na matriz, seguido da difusão na superfície e por fim ocorre o transporte da superfície da matriz. Caso o agente ativo esteja dissolvido os passos são a difusão do agente ativo da superfície da matriz, a seguir partição do agente ativo entre a matriz e o meio de eluição, terminando com o transporte para fora da superfície da matriz.

O transporte do agente ativo na difusão depende da sua capacidade em atravessar a membrana do material de parede que é porosa (RODRÍGUEZ *et al.*, 2016), isto é, da sua solubilidade no sistema matricial (MATALANIS; JONES; MCCLEMENTS, 2011). Assim, a difusividade depende não somente do agente ativo como também do tamanho, forma e da disposição do material de parede (SOBRINHO; FARIAS, 2012). Geralmente as moléculas maiores tendem a uma difusividade inferior às menores (RODRÍGUEZ *et al.*, 2016). Segundo

Aghbashlo *et al.* (2012) este fato está associado ao peso das moléculas, pois quanto maior o peso molecular menor será a difusividade, o que reduz também a solubilidade no meio.

A difusão também é influenciada pelo estado físico do material de parede. Geralmente materiais de parede no estado vítreo são mais impermeáveis comparados ao estado não vítreo ou gomoso. Assim, a liberação do agente ativo normalmente ocorre durante a transição do estado vítreo para o estado gomoso, ou seja, no estado de maior mobilidade das moléculas (AZEREDO, 2005). Além da morfologia e do estado físico do material de parede, vários outros fatores podem influenciar o mecanismo de difusão, como a temperatura e a agitação.

Mudanças na temperatura podem destruir a integridade do material de parede, e assim, propiciar a liberação do agente ativo (SOBRINHO; FARIAS, 2012), além de afetar o estado físico e a taxa de liberação (AZEREDO, 2005). Existem dois conceitos diferentes para a atuação da temperatura na liberação controlada. A liberação sensível a temperatura, reservada para materiais que se expandem ou colapsam quando a temperatura crítica é atingida, e a outra atuação ocorre quando a temperatura é ativada pela fusão do material de parede devido a altas temperaturas (SILVA *et al.*, 2014).

A agitação, por sua vez, favorece a difusão através do que se define “ Teoria da colisão”. Esta teoria foi proposta por Max Trautz e Willian Lewias em 1916 e 1918, e estabelece que para uma reação ocorrer as partículas devem reagir entre si e colidirem (VARGAS, 2011). Cabe salientar que quanto maior a velocidade de agitação do meio, mais rápido é a colisão entre as micropartículas .

3.8 Cinética de Liberação

A ordem e o mecanismo de liberação das micropartículas podem ser descritos através da cinética de liberação e avaliado na forma de diversos modelos matemáticos (ANSARIFAR *et al.*, 2017; CAMPELO-FÉLIX *et al.*, 2017; ZANDI *et al.*, 2017). Em relação a difusão os principais modelos aplicados se baseiam nas Leis de Fick, sendo os modelos de Ordem Zero, Primeira Ordem, Higuchi e Korsmeyer e Peppas (LOPES; LOBO; COSTA, 2005; MEHRNIA *et al.*, 2017; YU; CAO, 2017), representadas, respectivamente, pelas Equações de 1, 2, 3 e 4.

$$C = k_0 * t + C_0 \quad (\text{Equação 1})$$

$$C = C_0 * e^{-k * t} \quad (\text{Equação 2})$$

$$C = k \sqrt{t} + C_0 \quad (\text{Equação 3})$$

$$C = k * t^n + C_0 \quad (\text{Equação 4})$$

Onde: C é a concentração (%) de CAR no tempo t (dias), C₀ é a concentração inicial, k é a constante cinética e n é o expoente de liberação, usado para caracterizar diferentes mecanismos de liberação. Na liberação das micropartículas o valor de n indica os seguintes mecanismos de liberação em sistema esférico: Caso I, para n < 0,43 o mecanismo de transferência de massa ocorre de acordo com a lei de Fick, ou seja, a difusão das moléculas segue um gradiente de potencial químico; quando 0,43 < n < 0,85 o sistema de liberação é anômalo (ou não Fickiano), e a liberação ocorre por difusão e relaxamento das cadeias do polímero; Caso II, se n for igual a 0,85 indica que a liberação é controlada pela molhabilidade; e o Super caso quando n > 0,85 no qual ocorre uma aceleração na liberação provocado pela erosão ou mobilidade das cadeias do polímero (CAMPELO *et al.*, 2018).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Materiais

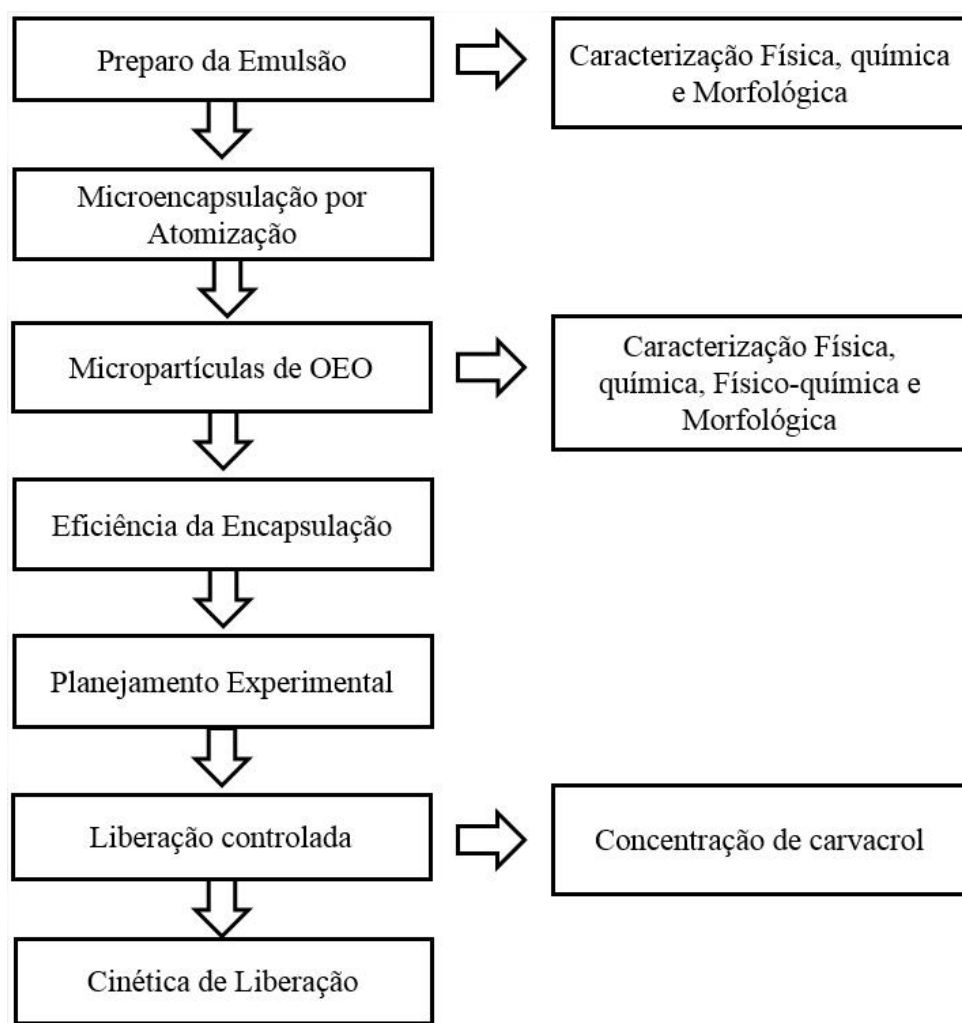
O óleo essencial de orégano (*Origanum vulgare* L.) foi obtido da Empresa Laszlo Aromatherapy Ltda. (Belo Horizonte, Brasil) utilizado como agente ativo. Como materiais de parede foram empregados goma arábica e amido modificado (Capsul®), cedidos pelas empresas Metachem Industrial e Comércio Ltda., São Paulo, Brasil e Ingredion Brasil - Ingredientes Industriais Ltda. (Mogi, Brasil), respectivamente. Na análise de liberação controlada foram utilizados o padrão de carvacrol (Sigma-Aldrich, W224502), hexano P.A. (NEON, CAS N° 110-54-3, PM: 86,18) e o óleo mineral (Ideol) como sistema modelo. As especificações dos materiais encontram-se nos anexos A, B e C.

4.2 Métodos

As análises deste estudo foram realizadas nos laboratórios de Biotecnologia, Conservação de Alimentos e Matérias Primas Alimentares do curso de Engenharia de Alimentos, no Instituto de Ciência e Tecnologia; no laboratório Multiusuário do curso de Farmácia, Faculdade de Ciências Biológicas e da Saúde; e laboratório de microscopia do Faculdade de Medicina de Diamantina, localizados na Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri.

A Figura 8 mostra de forma esquematizada o fluxograma das etapas de execução do presente trabalho, sendo os procedimentos usados nas mesmas descritos na sessões seguintes.

Figura 8 – Diagrama de fluxo das etapas de execução do projeto.



4.2.1 Preparo da emulsão

Os materiais de parede utilizados foram a goma arábica e amido modificado Capsul® na proporção de 25% e 75%, respectivamente. Esta proporção foi obtida dos resultados otimizados do estudo de Costa *et al.* (2013) e Hijo *et al.* (2015), os quais alcançaram, respectivamente, maior retenção de óleo essencial de orégano e baixa atividade de água das micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas através da secagem por atomização.

Inicialmente a goma arábica (24,9g) e o amido modificado (74,9g) foram hidratados em água deionizada por aproximadamente 12 horas sob refrigeração (10 a 12°C). Em seguida os materiais de parede foram dissolvidos em 1L de água deionizada a 60-70°C usando o homogeneizador Turratec (Tecnal, TE 102) na velocidade de 20.000 rpm durante 30 minutos.

Após a dispersão completa dos materiais de parede e sob temperatura próxima a 10 °C, 11,1 mL de óleo essencial de orégano foi adicionado até a obtenção de uma emulsão

completamente homogênea com rotação de 20.000 rpm durante 5 minutos. A emulsão de óleo essencial de orégano foi produzida em triplicata.

4.2.2 Caracterização da emulsão de óleo essencial de orégano

4.2.2.1 Sólidos totais

Os sólidos totais foram determinados pelo método gravimétrico, através da secagem da amostra em estufa a vácuo (Tecnal, modelo TE 395), a 55 °C, até peso constante (AOAC, 1998).

4.2.2.2 Viscosidade

A análise da viscosidade da emulsão de OEO foi feita com um reômetro rotacional (LamyRheology, modelo RM 200, França), utilizando o sistema DIN (ISO 3219) equipado com o cilindro concêntrico 1 (32,54 mm) e probe 1 (30mm), indicados para emulsão pouco viscosas (LAMYRHEOLOGY, 2013). Este sistema foi definido após a realização de pré-testes. As amostras foram analisadas a temperatura controlada de 25°C, e submetidas a uma rampa crescente de taxa de deformação, com os seguintes parâmetros: taxa de deformação prévia de 500 s⁻¹ por 1 minuto, taxa de deformação aplicada de 1000 a 1500 s⁻¹ por 1 minuto, seguido de uma manutenção de 500 s⁻¹ por 1 minuto. O volume de emulsão injetado foi de 27 mL.

4.2.2.3 Potencial Zeta

O potencial zeta da emulsão foi analisado através da mobilidade eletroforética no equipamento Zetasizer Nano-ZS (Malvern Instruments, UK). Aproximadamente 1mL da emulsão foi injetada em cubeta de poliestireno DTS1060C, para realização da leitura no equipamento. A emulsão foi analisada na forma concentrada.

4.2.2.4 Microscopia óptica da emulsão

A microestrutura das emulsões foi analisada por microscopia óptica no microscópio Nikon (Eclipse E200MV, Tóquio, Japão). Duas gotas das emulsões na forma concentrada

foram colocadas em lâminas, cobertas com lamínulas e visualizadas em lentes com aumento de 40x e 100x. Para melhor caracterização das emulsões foram colocadas as imagens capturadas pelo programa TSView7.

4.2.3 Microencapsulação por secagem por atomização

A emulsão formada foi submetida à secagem através de um secador atomizador (*spray dryer*) da marca LABMAQ do Brasil, modelo MSD 0.5 (Ribeirão Preto, São Paulo, Brasil), com bico duplo fluido de abertura 1,0 mm, localizado no laboratório de Farmácia Industrial, Faculdade de Ciências Biológicas e da Saúde, da Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri. As condições de operação do secador atomizador foram: temperatura de entrada do ar $120 \pm 3^\circ\text{C}$, vazão do ar de secagem regulada para $2.0 \text{ m}^3 \text{ min}^{-1}$, rotâmetro $\pm 30 \text{ L min}^{-1}$, a taxa do fluxo de alimentação foi ajustada para $0,50 \text{ L h}^{-1}$ e a pressão do ar do compressor para o secador foi de 2 - 4 bar.

Após o processamento os pós obtidos foram estocados sob refrigeração ($4 \text{ a } 7^\circ\text{C}$), em frascos de vidro protegidos da passagem de luz e permeação de gases, a fim de minimizar possíveis alterações no material, tais como aglomeração, provocando absorção de água e oxidação.

4.2.4 Caracterização das micropartículas de óleo essencial de orégano

4.2.4.1 Atividade de água

A medição da atividade de água foi feita através da leitura direta da amostra no equipamento Aqualab (modelo 4TE, USA), à temperatura controlada de $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$.

4.2.4.2 Umidade

A determinação do teor de umidade das micropartículas foi feita pelo método gravimétrico, à temperatura de 105°C em estufa convencional (Ethik Technology, modelo 402-5D), até a obtenção de peso constante (AOAC, 2005).

4.2.4.3 Solubilidade

A análise da solubilidade foi realizada de acordo com o método proposto por Canocha *et al.* (2005) com modificações. Para a análise 25 ml de água deionizada foi transferida para um béquer e colocada para agitação a 2500 rpm, em um homogeneizador ultraturrax. Em seguida 0,5 g do pó foi adicionado cuidadosamente, e a agitação foi mantida por 5 min. A solução foi transferida para um tubo e centrifugada a 2600 rpm por 5 min (centrifuga Thermo Scientific, modelo 37.520, Alemanha). Uma alíquota de 20 mL do sobrenadante foi transferida para uma placa de petri previamente pesada e submetida a secagem em estufa a 105 °C por 12 horas. O percentual de solubilidade foi calculado pela diferença de massa entre o sobrenadante seco em relação a quantidade de pó adicionado inicialmente.

4.2.4.4 Molhabilidade

A molhabilidade foi determinada pelo método proposto por Fuchs *et al.* (2006). 1,000g de pó foi espalhado sobre 100 mL de água deionizada a 20 °C, sem agitação. Esta propriedade foi medida como o tempo requerido para as partículas de pó sedimentarem, ou afundarem e desaparecerem da superfície da água.

4.2.4.5 Potencial Zeta

A análise do potencial zeta das micropartículas ocorreu conforme descrito no item 4.2.3.3, de acordo com a metodologia de Tamnak *et al.* (2016) com modificações. 1,000g das micropartículas foi disperso em 50 mL de água deionizada, para promover a reconstituição das micropartículas a serem analisadas.

4.2.4.6 Morfologia das micropartículas

A morfologia das micropartículas foi avaliada através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV), disponível no Laboratório Multiusuário de Microscopia Avançada (LAMMA), da UFVJM. Os pós foram fixados sobre uma fita adesiva dupla-face, pré-fixada a um suporte (stub), sendo retirado o excesso após a deposição. Em seguida as amostras foram revestidas com ouro em um metalizador (Quorum, modelo Q150 ES) e

examinadas no microscópio eletrônico de varredura TESCAN (modelo VEGA LMH). O microscópio foi operado a 30 kV com ampliações de 500, 1.000, 2.000 e 5.000 vezes.

4.2.4.7 Tamanho das micropartículas

O tamanho das micropartículas foi medido com o software auxiliar do microscópio eletrônico de varredura TESCAN (modelo VEGA LMH), operado conforme procedimento no item 4.2.5.6. O programa mediu uma micropartícula determinando a escala de tamanho nas imagens. Através da escala de tamanho obtida foram selecionadas imagens e aferidos os tamanhos, para se obter a média, com o auxílio do programa IMAGEJ.

4.2.5 Eficiência da microencapsulação

A eficiência da microencapsulação (EM) foi avaliada determinando a porcentagem de carvacrol (CAR) presente nas micropartículas de OEO. A análise foi realizada de acordo com a metodologia proposta por Delfiya *et al.* (2015) com modificações, aplicando para o cálculo da EM a Equação 5.

$$EM (\%) = \frac{CT - CS}{CT} \times 100 \quad (5)$$

Onde: CT é a concentração total de carvacrol nas micropartículas e CS é a concentração de carvacrol na superfície das micropartículas.

Para determinação da CT, 500 mg de micropartículas de OEO foram dispersadas em 3 mL de uma mistura contendo hexano e água destilada (2:1) sendo o sistema agitado com o auxílio de um agitador vortex (NorteCientífica, modelo NA 3600), por 1 minuto. A dispersão obtida foi centrifugada em centrífuga SpinLab, modelo SL-4BVU a 3.000 rpm, por 10 min, o que resultou numa separação de fases, onde os materiais de parede ficaram retidos na parte inferior do tubo junto com a água (fase polar), e na parte superior houve retenção do CAR, presente no OEO, a parte apolar do amido modificado, além do hexano (fase apolar). A fase superior foi isolada com auxílio de uma pipeta e o CAR dissolvido no hexano foi quantificado por espectrofotometria de absorção UV utilizando um espectrofotômetro UV visível (Tecnal, modelo UV-5100), sendo as leituras de absorbâncias realizadas no comprimento de onda de 280

nm. A concentração total de CAR (mg L^{-1}) foi obtida através da construção de uma curva padrão e sua respectiva equação de regressão linear.

O CAR da superfície foi extraído diretamente de 500 mg das micropartículas de OEO com 3 mL de hexano homogeneizado em um agitador vortex por 30 segundos, seguido de centrifugação a 3.000 rpm por 10 min. Após ocorrer a separação das fases, a fase líquida contendo o CAR foi coletada e medida sua absorvância no comprimento de onda de 280 nm. A concentração do CAR (mg L^{-1}) foi calculada com o auxílio da curva padrão e sua equação de regressão linear.

Para a elaboração do branco e da matriz que compôs a curva padrão foram utilizadas micropartículas de um ensaio contendo apenas os materiais de parede e hexano (166 mg L^{-1}). Tais materiais foram homogeneizados em agitador e posteriormente centrifugados, conforme as condições supracitadas. Em seguida foi coletado o sobrenadante.

A curva padrão foi construída pelo método de adição de padrão. Para a construção dos pontos que compôs a curva foram adicionadas quantidades fixas de 50 μL do padrão de carvacrol em hexano na concentração de $0,008 \text{ mg L}^{-1}$ a matriz, e feitas as leituras das absorvâncias no comprimento de onda de 280 nm.

4.2.6 Planejamento experimental

O delineamento composto central rotacional (DCCR) foi empregado para realizar os testes de liberação controlada do óleo essencial de orégano microencapsulado através de um fatorial 2×2 completo, com 3 pontos fatoriais (níveis ± 1), triplicata no ponto central (nível 0) e 4 pontos axiais ($\pm 1, 41$), totalizando 11 ensaios.

As variáveis independentes foram a temperatura e a agitação do meio de liberação do CAR no sistema modelo, e a variável dependente foi a concentração do carvacrol (CAR) liberada no sistema modelo. O planejamento experimental com as variáveis reais e codificadas é mostrado na Tabela 4.

Tabela 4 – Delineamento Composto Central Rotacional usado no ensaio de liberação controlada do óleo essencial de orégano microencapsulado, Diamantina-MG, 2016.

Ensaio	Variáveis codificadas		Variáveis reais	
	Agitação	Temperatura	Agitação (rpm)	Temperatura (°C)
1	-1	-1	15	14
2	1	-1	85	14
3	-1	1	15	36
4	1	1	85	36
5	-1,41	0	0	25
6	1,41	0	100	25
7	0	-1,41	50	10
8	0	1,41	50	40
9	0	0	50	25
10	0	0	50	25
11	0	0	50	25

Os dados experimentais obtidos foram analisados através da superfície de resposta com emprego da equação polinomial de segunda ordem (Equação 6) (KHURI; CORNELL, 1996).

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=0}^k \beta_i x_i + \sum_{i=0}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j \quad (6)$$

Em que Y é a variável resposta (concentração de CAR liberado); xi e xj são as variáveis independentes codificadas; β_0 é constante; β_i é o coeficiente linear; β_{ii} é o coeficiente quadrático; β_{ij} é o coeficiente da interação e k é o número de fatores.

As análises foram analisadas pelo programa Statistica, versão 8.0 (StatSoft, Tulsa, OK, EUA), utilizando-se o delineamento composto central rotacional. O pacote Statistica foi utilizado para as análises de regressão e variância (ANOVA), e as superfícies de resposta foram desenvolvidas através da equação polinomial quadrática obtida a partir da análise de regressão.

Os ensaios foram realizados visando avaliar o efeito da variável dependente, concentração de carvacrol liberado, e por meio da modelagem linear e quadrática, otimizar o processo de liberação controlada por meio da metodologia de superfície de resposta (BARROS NETO; SCARMINO; BRUNS, 1996; RODRIGUES; IEMMA, 2009).

4.2.7 Liberação controlada

A influência das variáveis temperatura e agitação foi avaliada no perfil de CAR liberado no óleo mineral (OM) empregado como sistema modelo (SM). A concentração do CAR liberado no óleo mineral foi quantificada por espectrofotometria, e a sua liberação foi calculada através da Equação 7 (DELFIYA *et al.*, 2014).

$$\text{CAR liberado (\%)} = \frac{[\text{CAR}]_{\text{liberado}}}{[\text{CAR}]_{\text{total}}} \times 100 \quad (7)$$

Onde: CAR é o carvacrol e [CAR] é a concentração de carvacrol.

Na análise espectrofotométrica 500 mg de micropartículas foram diluídas em 3 mL de OM contidos em béqueres. Posteriormente, os sistemas foram cobertos e mantidos nas condições de agitação do meio de 0; 15; 50; 85 e 100 rpm e temperaturas de 10;14; 25; 36 e 40 °C, conforme mostrado na Tabela 4 do planejamento experimental (item 4.2.6). As análises foram realizadas em chapa de agitação magnética (Tecnal, modelo TE-0851), sem reposição do solvente, até o tempo de agitação de 100 minutos, conforme otimização obtida por Campelo-Félix *et al.* (2017). Para cada ensaio, 2 mL da amostra foram transferidos para tubo tipo falcon, adicionando-se 1 mL de hexano no mesmo. Em seguida a amostra foi agitada em um vortex por 1 minuto e logo após centrifugada a 3.000 rpm por 10 minutos. A absorbância do CAR liberado foi lida no comprimento de onda de 280 nm, e determinada sua concentração com base na curva padrão e sua equação de regressão linear.

A curva padrão, obtida pelo método de adição de padrão, e sua equação de regressão linear, utilizou o padrão de CAR nas mesmas condições do item 4.2.5, distinguindo-se apenas a matriz usada para a construção da curva. Para produzir a matriz 500 mg das micropartículas, contendo apenas os materiais de parede, foram diluídas em 3mL de OM. Tal dispersão foi homogeneizada em agitador vortex por 1 minuto e logo após centrifugado a 3.000 rpm por 10 minutos. 1 mL do sobrenadante foi coletado e adicionado a 2 mL de hexano, que novamente foi homogeneizado e cenrifugado. O sobrenadante coletado foi o branco e a matriz da curva padrão a qual foi adicionada para obteção dos pontos da curva o padrão de CAR. As leituras da absorbância foram realizadas no comprimento de onda de 280 nm.

4.2.8 Cinética da liberação

A cinética da liberação foi aplicada no sistema modelo óleo mineral (OM) e analisada nas temperaturas de 10; 25 e 40°C, pelo tempo de 16 dias consecutivos. Inicialmente 8300 mg das micropartículas de OEO foram colocadas em 50 mL de OM, e mantidas em incubadora BOD (Thelga, modelo TF35-A, Joinville, Brasil), nas condições de temperatura e tempo supracitadas. Para a análise espectrofotométrica 3 mL da amostra foram coletados 100 minutos após a montagem do experimento, considerado o tempo zero. Nos outros 15 dias consecutivos a coleta da amostra foi feita após 24 horas da coleta anterior.

Para cada leitura no espectrofotômetro 2 mL da amostra coletada foi colocada em tubo tipo falcon e adicionado 1 mL de hexano. A análise espectrofotométrica ocorreu conforme o item 4.2.7. A concentração obtida da liberação de CAR foi aplicada nos modelos matemáticos propostos para a difusão (item 3.8).

4.2.9 Análise estatística

Para a caracterização da emulsão e micropartículas de óleo essencial de orégano foram calculados a média e desvio padrão. Os resultados da análise de liberação controlada e cinética de liberação foram analisados através do *software* Statistica, versão 8.0 (StatSoft, Tulsa, OK, EUA).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Caracterização da emulsão de óleo essencial de orégano

Os resultados da caracterização da emulsão de OEO são apresentados na Tabela 5, e discutidos nas sessões seguintes.

Tabela 5 – Valores médios e desvio padrão (n=3) de sólidos totais, viscosidade e potencial zeta da emulsão de óleo essencial de orégano.

Propriedades	Valores médios
Sólidos totais (%)	9,62 ± 0,03
Viscosidade (mPa.s)	11,27 ± 0,05
Potencial zeta (mV)	-2,73 ± 0,10

5.1.1 Sólidos totais

Os sólidos são importantes parâmetros a serem analisados nas emulsões, por influenciarem na eficiência da microencapsulação. Azeredo (2005) relata que quanto maior o teor de sólidos menor o tempo necessário para a formação das micropartículas, o que favorece a retenção de compostos voláteis, e Jafari *et al.* (2008) salientam que o aumento na concentração dos sólidos até certo ponto é relevante para a obtenção de uma viscosidade ótima. A média e desvio padrão dos sólidos totais da emulsão foi 9,62 ± 0,03%, conforme mostrado na Tabela 5.

Ng *et al.* (2014) avaliaram o efeito do conteúdo de sólidos na emulsão de óleo de semente de kenaf a ser microencapsulado, empregando como materiais de parede caseinato, maltodextrina DE10 (MD – DE10) e lecitina, nas concentrações de 20, 30 e 40%, e concluíram que quanto maior o teor de sólidos empregado maior o tamanho das micropartículas produzidas.

Rajabi *et al.* (2015) avaliaram o teor de sólidos da emulsão na retenção do composto bioativo saffron com os materiais de parede maltodextrina DE 20 (MA DE20), GA e gelatina. Segundo estes o conteúdo de sólidos (30 e 40%) teve um efeito positivo na eficiência da microencapsulação, pois quanto maior o teor de sólidos maior foi a retenção do composto saffron.

Costa (2013) determinou o teor de sólidos totais do permeado de soro fermentado, utilizado como agente ativo na secagem por atomização, para a produção de bioaroma de queijo suíço, cujos materiais de parede foram maltodextrina e amido modificado CAPSUL, obtendo

uma porcentagem de sólidos de 5%, o que segundo a autora foi um valor determinante na formulação da suspensão a ser atomizada.

O percentual de sólidos obtido na emulsão de OEO embora baixo pode ser considerado um ótimo valor, sendo determinante para a eficiência da microencapsulação, por gerar uma viscosidade favorável a retenção do carvacrol, composto majoritário do OEO.

5.1.2 Viscosidade

A análise de viscosidade da emulsão de OEO apresentou média e desvio padrão de $11,27 \pm 0,05$ mPa.s, conforme mostra a Tabela 5. Vale ressaltar que a viscosidade tem relação direta com o conteúdo de sólidos totais, isto é, a uma mesma temperatura quanto menor o conteúdo de sólidos, menor a viscosidade ou vice-versa (TONON; GROSSO; HUBINGER, 2011). A baixa viscosidade encontrada neste estudo pode estar relacionada a baixa concentração dos materiais de parede utilizados, e é desejável na secagem por atomização, por favorecer a circulação da emulsão, reduzindo o tempo de contato com o ar quente do equipamento e assim, promover a secagem mais rápida das gotas, favorecendo a retenção de voláteis.

Apesar de não ter sido encontrado na literatura trabalhos que avaliaram a viscosidade de emulsões de OEO e demais constituintes, outros pesquisadores analisaram a viscosidade de suas emulsões, sendo apresentados alguns trabalhos a seguir.

Paramita, Furuta e Yoshii (2012) analisaram a viscosidade de suas emulsões em que o agente ativo foi uma mistura de d-*Limoneno* e triglicerídeos de cadeia média com concentrações variadas do material de parede amido modificado Capsul®. A viscosidade foi avaliada com 48, 50 e 60% do material de parede, e os valores encontrados foram $59,2 \pm 0,48$, $17,5 \pm 0,53$ e $37,2 \pm 2,45$ mPa.s, respectivamente. Os autores concluíram que este parâmetro influenciou o tamanho das micropartículas, onde emulsões com alta viscosidade produziram micropartículas de maior tamanho.

Luna-Guevara *et al.* (2017) analisaram a viscosidade de emulsões de óleo de noqueira, amendoim e pecan empregando os materiais GA, MD DE10 e gelatina. A viscosidade variou de $4,15 \pm 0,01$ a $5,50 \pm 0,00$ mPa.s. De acordo com os autores a variação da viscosidade pode ser influenciada pelo conteúdo de sólidos e tipo de homogeneização. Relataram ainda que a viscosidade da emulsão é importante quando se trata de secagem por atomização, pois pode afetar o tamanho e a espessura da matriz das partículas, e a viscosidade elevada aumenta o tempo necessário para a formação das partículas e, como consequência forma partículas de tamanhos maiores.

5.1.3 Potencial zeta

O potencial zeta da emulsão apresentou média e desvio padrão de $-2,73 \pm 0,10$ mV (Tabela 5). O resultado obtido foi baixo e distante da faixa preconizada para estabilidade ± 30 mV (KASPAR; JAKUBEC; STEPANEK, 2013), indicando possível instabilidade das emulsões e como consequência uma tendência a aglomeração. Outros estudos de secagem por atomização também analisaram o potencial zeta de suas emulsões (CARVALHO; SILVA; HUNBINGER, 2014; JULIO *et al.*, 2015; TAMNAK *et al.*, 2016).

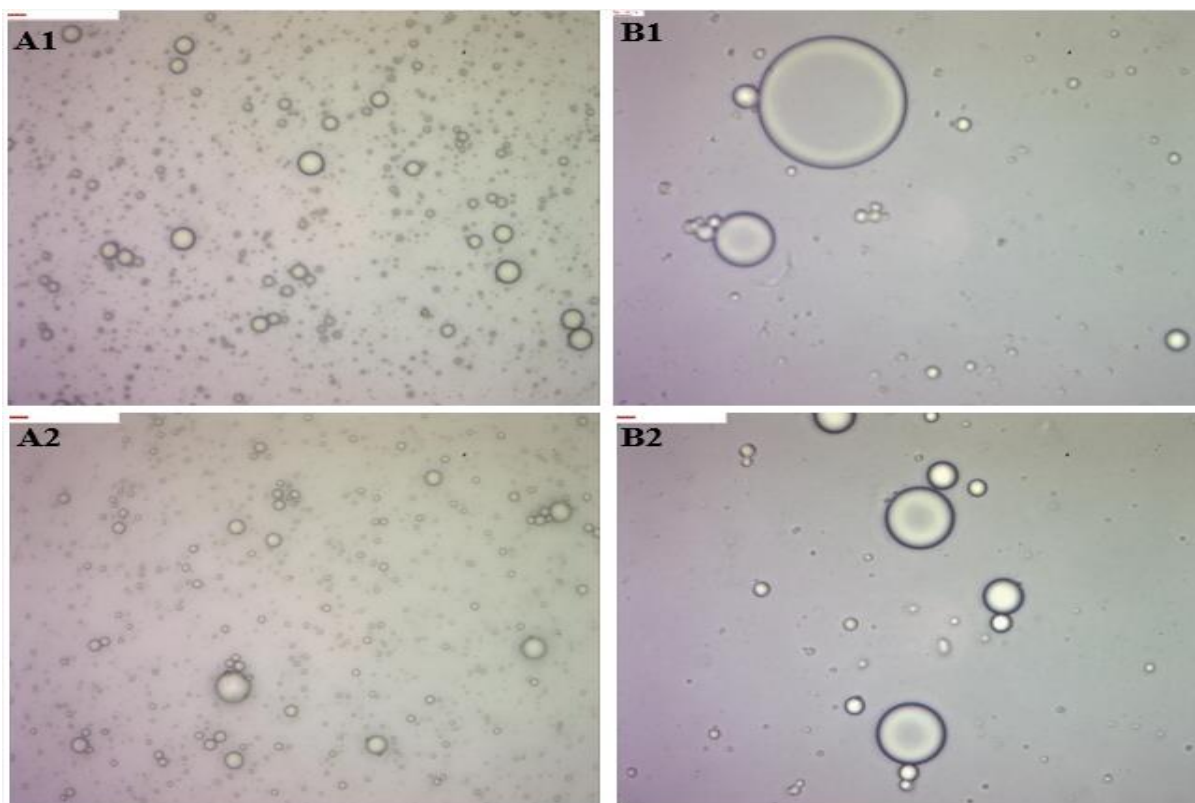
Noello *et al.* (2016) microencapsularam por secagem por atomização o óleo de chia com os materiais de parede proteína de soro concentrada (WPC), pectina, MD DE10 e Hi-Cap® 100 modificado quimicamente do amido octenil succinatoanidro (OSA). O potencial zeta da emulsão contendo o Hi-Cap® 100 e WPC foi de $-6,87$ mV. De acordo com os autores o valor negativo na emulsão pode ser devido a inversão de cargas, onde a carga negativa do Hi-Cap® 100 prevaleceu na emulsão. O semelhante foi observado no presente trabalho, no qual foi utilizado elevada concentração do amido modificado Capsul®, considerado um polímero aniônico (NILSSON; BERGENSTAHL, 2007), com carga negativa, podendo também estar ocorrendo uma inversão de cargas, o que justifica o resultado negativo obtido ($-2,64$). A medida do potencial zeta depende das propriedades químicas do polímero, de agentes estabilizantes e do pH (ROSA *et al.*, 2015).

Silva, Vieira e Hubinger (2014) aplicaram alta pressão de homogeneização em emulsões de óleo de café verde produzidas com diferentes materiais de parede a serem microencapsuladas, e concluíram que a alta pressão aplicada reduziu o potencial zeta da emulsão de AM com MD ($-20,3$ mV) em comparação a emulsão de GA com MD ($-26,0$ mV).

5.1.4 Microscopia óptica

As imagens das gotas da emulsão preparadas pela combinação de goma arábica, amido modificado (Capsul®) e OEO, de diferentes regiões da emulsão, são apresentadas na Figura 9, sendo em A1 e A2 com ampliações de 40X e em B1 e B2 com ampliação de 100X. As Figuras A1 e A2 mostram imagens cuja emulsão tem como características gotas dispersas, arredondadas, de tamanhos variados e tendência a aglomeração. Em relação as Figuras B1 e B2 é possível visualizar o que provavelmente seja o OEO envolvido pelos materiais de parede.

Figura 9 – Microscopia óptica da emulsão obtida pela combinação dos materiais de parede goma arábica e amido modificado Capsul® e do óleo essencial de orégano, visualizadas em diferentes regiões da emulsão com lentes objetivas de aumento 40X (A1 e A2) e 100X (B1 e B2).



De acordo com Silva, Vieira e Hubinger (2014) e McClements (2007) as gotas da emulsão influenciam as propriedades físico-químicas como reologia (viscosidade), estabilidade (separação gravitacional, floculação e coalescência), e também as propriedades ópticas (leveza e cor).

Garcia (2013) analisou por microscopia as gotas de suas emulsões de óleo essencial de manjeriço com os materiais de parede GA, MD DE 10, isolado proteico de soja (IPS) e concentrado proteico de soro de leite (CPS). Na emulsão com goma arábica a autora observou a presença de gotas pequenas, individualizadas, mas também observou a presença de gotas um pouco maiores em menor proporção.

Fernandes *et al.* (2016) produziram emulsões de óleo de gengibre a serem microencapsuladas por secagem por atomização com os materiais de parede GA, IN e MD, e as micrografias mostraram que a emulsão de GA com IN apresentou gotas de tamanhos variados e mais dispersas quando comparado aos outros ensaios, enquanto a emulsão de GA pura gerou uma maior quantidade de gotas, também com diferentes tamanhos e mais aglomeradas.

Carneiro (2011) verificou gotas dispersas e arredondadas na emulsão de óleo de linhaça com o amido modificado HiCap e MD. Na combinação de concentrado proteico de soro de leite e MD as gotas ficaram aglomeradas e coalescentes. Já na combinação da MD com o amido modificado Capsul® ou GA as gotas ficaram arredondadas e não dispersas.

Embora não foi encontrado análise de microscopia óptica da emulsão de OEO em outros estudos, as microscopias obtidas no presente trabalho são condizentes com as de outras emulsões a serem atomizadas, como as supracitadas, e indicam a provável morfologia a ser obtida após a microencapsulação, além de induzir que o agente ativo foi, de fato, revestido pelos materiais de parede.

5.2 Caracterização das micropartículas de óleo essencial de orégano

Os resultados das propriedades usadas para caracterizar as micropartículas de OEO, produzidas pelo método de secagem por atomização são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 – Média e desvio padrão (n=3) das propriedades de caracterização das micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas por secagem por atomização.

Propriedades	Valores médios
Atividade de água (Aa)	0,13 ± 0,01
Umidade (%)	2,20 ± 0,16
Solubilidade (%)	69,55 ± 0,19
Molhabilidade (min)	19,50 ± 0,70
Potencial zeta (mV)	- 9,09 ± 0,41
Tamanho (µm)	15,75 ± 3,94

5.2.1 Atividade de água e Umidade

A atividade de água (Aa) e umidade são parâmetros importantes para avaliar a conservação do produto alimentício. As médias dos valores de Aa e umidade das micropartículas deste estudo foram $0,13 \pm 0,01$ e $2,20 \pm 0,16$ %, respectivamente, conforme mostrados na Tabela 6. Os resultados condizem com outros trabalhos de secagem por atomização de óleos e óleos essenciais (BOTREL *et al.*, 2012; CARVALHO; SILVA; HUBINGER, 2014; NG *et al.*, 2014).

Costa *et al.* (2013) avaliaram a Aa e umidade de micropartículas de OEO cujos materiais de parede foram GA, MA DE20 e AM, e conseguiram valores de Aa variando de 0,13 - 0,17% e umidade de 0,92 – 3,27%. Os autores observaram que o aumento da concentração de GA gerou um aumento da Aa e umidade, e que micropartículas produzidas com alta concentração de AM tiveram menor absorção de água.

Os resultados da Aa e umidade apresentados na Tabela 6 se assemelham aos resultados de Costa *et al.* (2013), e pode ser explicado pela estrutura química dos materiais de parede usados. A GA tem um grande número de grupos hidrofílicos na sua cadeia o que favorece a absorção de água do ambiente, por outro lado o AM tem poucos grupos hidrofílicos e assim promove uma menor absorção de água (TONON *et al.*, 2009). Como no presente trabalho utilizou-se alta concentração de AM (75%) já era esperada uma baixa Aa e umidade nas micropartículas produzidas.

Uma Aa menor que 0,90 nas micropartículas, tal como a obtida no presente trabalho, está associada à superfície seca que atua como uma membrana semipermeável permitindo a perda contínua de água, mas retém de forma eficiente moléculas aromáticas (HIJO *et al.*, 2015).

Vale ressaltar, ainda, que valor de Aa próximo a 0,6 tem pouco ou nenhum crescimento microbiano e Aa < 0,3 não permite o desenvolvimento de microrganismos (EMBRAPA, 2010), o que contribui para uma melhor conservação e aumento da vida de prateleira dos produtos alimentícios.

Bakry *et al.* (2016) microencapsularam por secagem por atomização óleo de atum empregando como materiais de parede proteína isolada de soro, polissacarídeo pullulan e caborximetilcelulose (CMC), e encontraram valores de Aa de 0,14 - 0,21% e umidade de 1,15 - 1,89%. Segundo os autores, valores de Aa menores que 0,30 são normalmente considerados para garantir a estabilidade.

Fazaeli *et al.* (2012) analisaram a Aa e umidade de micropartículas de suco de amora preta microencapsulada com GA e MD. Os valores médios encontrados foram de 0,15 a 0,32 para Aa, e de 1,5 a 2,5% para umidade. Segundo aqueles autores os efeitos das variáveis independentes como temperatura do ar de entrada, taxa do fluxo de ar, concentração dos materiais de parede MD e GA afetam a Aa e umidade. Os mesmos autores encontraram em seus resultados uma redução no teor de umidade ao elevarem a temperatura de entrada, justificado pelo fato de que na alta temperatura de entrada a taxa de calor transferido para as partículas é grande, o que promove uma elevada força de secagem pela evaporação da umidade.

De acordo com o exposto, as micropartículas produzidas apresentaram bom valor de atividade de água e umidade, comparado com os resultados obtidos nas referências mencionadas neste item.

5.2.2 Solubilidade

A solubilidade analisada nas micropartículas apresentou média e desvio padrão de $69,55 \pm 0,19$ % (Tabela 6). Embora Campelo-Félix (2014) e Bhandari *et al.* (2008) citam que valores ótimos de solubilidade para alimentos em pó encontram-se na faixa de 92 - 99%, a solubilidade das micropartículas produzidas neste estudo pode ser considerada de média a alta, indicando uma boa solubilidade, considerada a natureza hidrofóbica do núcleo. Fernandes, Borges e Botrel (2014) em suas micropartículas de OE de alecrim alcançaram valores relativos para solubilidade entre 41,85 - 47,72 %, também justificado pela natureza hidrofóbica do OE de alecrim. Naquele estudo o menor valor foi observado quando empregaram a combinação amido modificado e inulina. Fernandes *et al.* (2016) citam que a solubilidade é um fator decisivo para a qualidade dos produtos em pó.

Campelo-Félix *et al.* (2017) microencapsularam óleo essencial de limão empregando como materiais de parede isolado proteico de soro (IPS), IN e oligofrutose (OL), e conseguiram valores de solubilidade em torno de 93%, sem diferença significativa entre os ensaios. Eles justificaram que o elevado valor de solubilidade obtido pode ser devido ao processo ultrassônico empregado, que altera a estrutura das proteínas exibindo partes hidrofílicas do aminoácido em água.

Costa *et al.* (2013) também avaliaram a solubilidade de micropartículas de OEO, cujos materiais de parede usados foram GA, MA DE20 e AM, e atingiram solubilidade na faixa de 74,2 – 77,2 %, valores considerados elevados e justificados devido aos materiais de parede empregados, sendo que o percentual foi menor quando houve combinação de GA e AM (73,6 %), justificado pela baixa solubilidade do AM em água fria. Já Cano-Chauca *et al.* (2005) cita que várias pesquisas recomendam o uso da GA em processos de secagem por atomização devido suas propriedades emulsificantes e alta solubilidade em água.

5.2.3 Molhabilidade

A molhabilidade das micropartículas de OEO apresentou valor médio e desvio padrão de $19,50 \pm 0,70$ min (1152 segundos), como apresentado na Tabela 6. O valor

encontrado pode ser considerado um tempo de reconstituição elevado, visto que existem estudos que consideram valores ótimos de molhabilidade para produtos em pó com resultados entre 10 a 60s (CAMPELO-FÉLIX *et al.*, 2014; BHANDARI *et al.*, 2008).

Os fatores que podem ter contribuído para o elevado tempo de molhabilidade são o tamanho das micropartículas e os materiais de parede usados. As micropartículas produzidas apresentaram um tamanho reduzido, e este resultado pode ser evidenciado por Vissotto *et al.* (2006) que obtiveram um aumento do tempo da molhabilidade devido as partículas pequenas que apresentaram uma redução do espaço intersticial na sua estrutura, prejudicando a penetração de água. Partículas pequenas, normalmente, têm baixa molhabilidade devido à alta tensão superficial, que leva a formação de uma barreira viscosa na superfície do líquido (CAMPELO-FÉLIX *et al.*, 2017). A influência dos materiais de parede na molhabilidade pode ser evidenciado por Fathi *et al.* (2014) os quais relataram que o amido modificado apresenta maior hidrofobicidade devido as modificações na sua estrutura, o que leva à redução na sua capacidade de molhabilidade, e, conseqüente redução na sua interação com a água.

Dima *et al.* (2016) microencapsularam por secagem por atomização o OE de *Coriandrum sativum L.* com quitosana, alginato e IN e observaram que o tempo de molhabilidade variou de 112 a 322s. Os autores observaram que a molhabilidade foi maior para micropartículas de tamanho menor.

Fernandes, Borges e Botrel (2014) obtiveram um tempo de reidratação de micropartículas de OE de alecrim usando a GA como material de parede na faixa de 155 a 488 segundos, e constataram que o tempo de instantaneização foram maiores quando empregado altas temperaturas e concentrações do material de parede.

Costa *et al.* (2013) reportaram um tempo de molhabilidade de 11 a 22 minutos para micropartículas de OEO, produzidas com GA, AM e MA DE20. Melhores resultados de molhabilidade foram alcançados quando houve um aumento da concentração de GA, provavelmente devido sua natureza hidrofílica.

5.2.4 Potencial zeta

O potencial zeta é um parâmetro empregado na avaliação da estabilidade de emulsões, e também considerado um fator importante na estabilidade de partículas encapsuladas (ANSARIFAR *et al.*, 2017). O valor da média e desvio padrão do potencial zeta analisado nas micropartículas de OEO foi $-9,09 \pm 0,41$ mV (Tabela 6).

O potencial zeta das micropartículas em comparação ao das emulsões apresentou um aumento, porém esse valor ainda é baixo, e encontra-se fora da faixa definida para estabilidade que é acima de +30 ou abaixo de -30 mV (KOSEGAREN-GODEN; JIMÉNZE-MUNGUÍA, 2012), importante para prevenir a aglomeração entre as partículas.

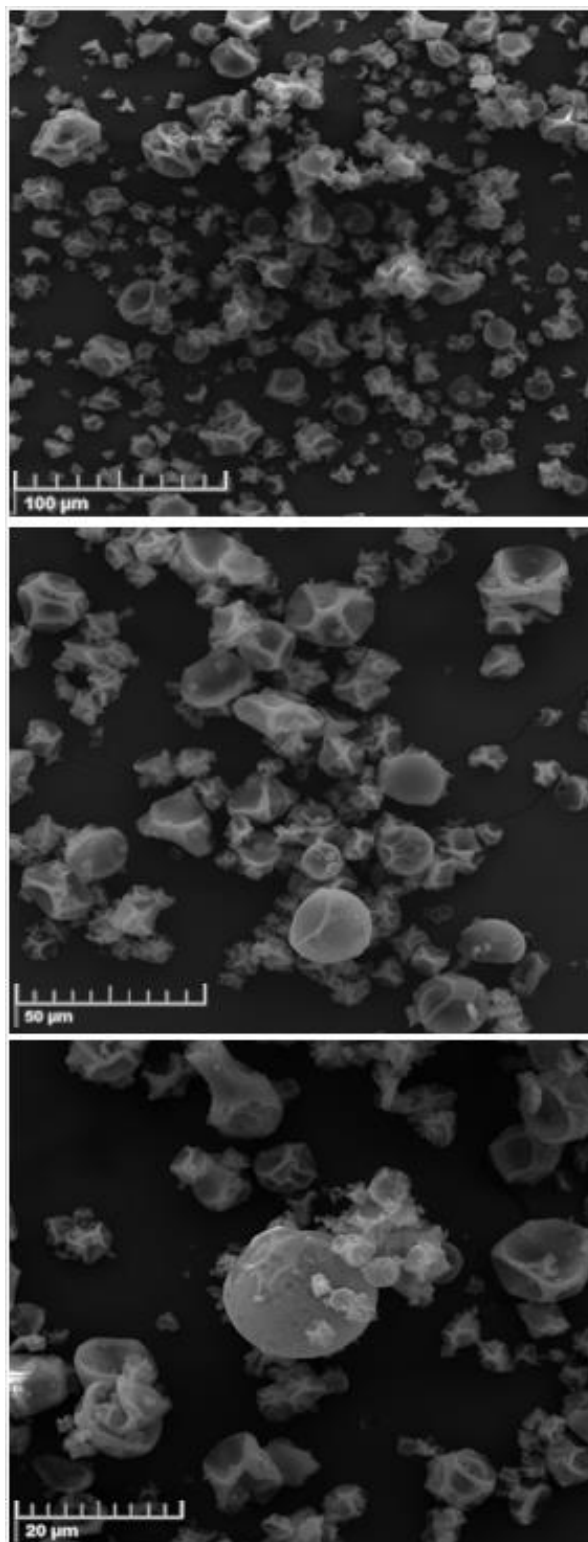
Chen *et al.* (2017) microencapsularam β -caroteno usando como emulsificante caseína na proporção de 1%. O potencial zeta obtido nas micropartículas reconstituídas em água destilada foi -64,5 mV. Os autores associaram o resultado encontrado às condições de homogeneização e ao emulsificante utilizado, devido ao fato das gotas geradas apresentarem alto potencial eletrostático, sugerindo que as micropartículas teriam boa estabilidade contra agregação devido à forte repulsão eletrostática.

Estevinho *et al.* (2014) microencapsularam a enzima β -galactosidase com goma arábica, quitosana, quitosana modificada, alginato de cálcio e alginato de sódio e os autores observaram valores de potencial zeta menor para os ensaios que empregaram a GA (-28,4 e -31,7 mV), com e sem a adição da enzima, respectivamente. Já os sistemas mais estáveis foram conseguidos em micropartículas com alginato de sódio, -69,3 e -68,6 mV, para ensaios com e sem adição de enzima, respectivamente. Porém aqueles autores constataram que não houve diferença significativa ao comparar o potencial zeta para o mesmo material, com e sem adição da enzima, e concluíram que todos os valores obtidos estão associados a estabilidade do sistema coloidal.

5.2.5 Morfologia das micropartículas

A Figura 10 apresenta a micrografia das micropartículas de OEO visualizadas pela microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Figura 10 – Micrografias eletrônicas de varredura das micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas com 25% de goma arábica (GA) e 75% amido modificado (AM) Capsul®, com ampliações de 500, 1.000 e 2.000 vezes.



A morfologia externa (Figura 10) mostra que as micropartículas apresentaram formato esférico, ocas e com superfície côncava e rugoso, características morfológicas

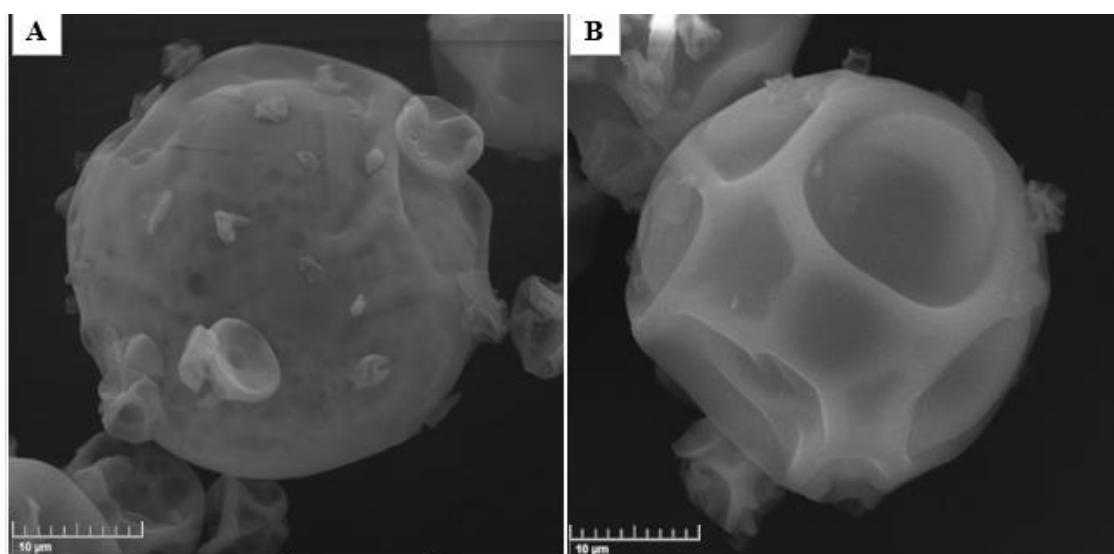
provenientes da secagem por atomização, resultado da rápida evaporação da água durante a secagem (FRASCARELI *et al.*, 2012). Além disso a visualização panorâmica das micropartículas mostra tamanhos variados e tendência a aglomeração, características relacionadas ao método de microencapsulação empregado e aos materiais de parede utilizados (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007).

Estruturas semelhantes foram obtidas por outros trabalhos de secagem por atomização que avaliaram a morfologia das suas micropartículas (BOTREL *et al.*, 2012; RIGON, NORENÃ, 2016).

Observando a Figura 11 pode-se inferir a possível difusão do OEO através dos materiais de parede pelas superfícies externas de algumas micropartículas. Este fato leva a induzir que algumas micropartículas tiveram maior retenção do óleo na superfície, o que pode estar relacionado à eficiência da microencapsulação.

A provável difusão do OEO na superfície externa da micropartícula pode ser evidenciada através das Figuras 11A e 11B que apresentam, respectivamente, as micrografias das micropartículas com óleo essencial de orégano e micrografias das micropartículas sem óleo essencial de orégano, a mesma observação também foi realizada por Abedi *et al.* (2016). É bem perceptível a distribuição do que supostamente seja o OEO na superfície da micropartícula (Figura 11A) em comparação a Figura 11B, micropartículas sem adição do OEO, com uma superfície bastante lisa.

Figura 11 – Micrografias eletrônicas de varredura de micropartículas com óleo essencial de orégano (A) e micropartículas sem óleo essencial de orégano (B), com ampliação de 5.000 vezes.



É importante observar nas Figura 11A e 11B que as micropartículas não apresentaram fissuras na superfície externa, indicando uma completa cobertura do agente ativo pelos materiais de parede, o que é uma vantagem por levar a uma menor permeabilidade a gases, e assim aumentar a proteção e retenção do agente ativo (SANTANA *et al.*, 2016).

Abedi *et al.* (2016) microencapsularam o óleo de *Nigella sativa* com MD e amido octenilsuccinato de sódio e também conseguiram micropartículas de formato esférico, de diferentes tamanhos e sem fissuras aparentes.

Fernandes *et al.* (2016) ao microencapsularem OE de gengibre com os materiais de parede GA, MA DE10 e IN produziram micropartículas com formato esférico, de diferentes tamanhos e sem fissuras aparentes. Os autores também observaram que as micropartículas preparadas com IN tiveram alta proporção de formato esférico justificado pelo fato das matrizes promoverem elasticidade durante a secagem. Observaram ainda que houve dentes na superfície das micropartículas, o que acreditam que seja provavelmente devido ao encolhimento inicial das partículas no estágio inicial do processo de secagem.

Sanchez-Reinoso, Osorio e Herrera (2017) microencapsularam aroma de cacau com AM e MD DE10 e constataram que as micropartículas com amido modificado apresentaram forma semiesférica, lisas e com deformações na superfície, o que segundo os autores são características desejáveis por favorecer uma boa retenção do agente ativo e baixa permeabilidade ao vapor de água e gases.

5.2.6 Tamanho das micropartículas

A média e desvio padrão do tamanho das micropartículas de OEO produzidas foi de $15,75 \pm 3,94\mu\text{m}$ (Tabela 6). Segundo Campelo-Félix (2014) alimentos em pó devem apresentar tamanho variando de 10 a $200\mu\text{m}$, o que mostra que as micropartículas produzidas se encontram dentro da faixa adequada.

Trabalhos de microencapsulação associam o tamanho e a morfologia das micropartículas com a viscosidade (EDRIS *et al.*, 2016; JAFARI *et al.*, 2008; RAJABI *et al.*, 2015). Segundo os autores acima, quanto mais viscosa a emulsão maior será o tamanho das micropartículas produzidas. Esta propriedade tem relação com o teor de sólidos totais, visto que quanto maior o conteúdo de sólidos maior será a viscosidade da emulsão à uma temperatura constante (RAJABI *et al.*, 2015). Ray, Raychaudhuri e Chakraborty (2016) também associam o tamanho e a morfologia das micropartículas com a umidade e temperatura de secagem, e

explicam que se a temperatura for muito baixa a água não evapora rapidamente num tempo curto, o pó continua úmido e reduz o rendimento; entretanto elevadas temperaturas de secagem poderão ocasionar fissuras nas micropartículas.

A comparação do tamanho das micropartículas com a eficiência, viscosidade e morfologia, permite constatar que a mistura de GA e AM produziram emulsões de baixa viscosidade, o que durante a etapa de secagem levou a produção de micropartículas de tamanho pequeno e com superfícies sem fissuras, reduzindo a presença do OEO na superfície das micropartículas, garantindo um possível aumento da eficiência no processo de microencapsulação por secagem por atomização.

O tamanho das micropartículas também foi estudado em outros trabalhos como o de Barroso *et al.* (2014) que produziram micropartículas de óleo de linhaça com tamanhos distribuídos entre 1,1-39,8 μm e, segundo os autores, esta faixa de tamanho obtido indicou que os parâmetros de homogeneização utilizados foram apropriados.

Beirão-da-Costa *et al.* (2013) microencapsularam o OEO com inulina e produziram micropartículas com tamanhos entre 6,3 a 9,2 μm . Os autores observaram que o aumento da concentração de inulina ocasionou aumento do tamanho das micropartículas.

Fernandes, Borges e Botrel (2014) obtiveram micropartículas de OE de alecrim com diâmetro de 13,4 μm formuladas com AM e 13,5 formuladas com GA e relataram que os maiores tamanhos foram obtidos quando utilizaram somente AM e GA. Os autores relataram ainda que o diâmetro das micropartículas produzidas no spray-dryer depende dos parâmetros empregados na secagem por atomização, das propriedades do material de parede, da concentração e viscosidade.

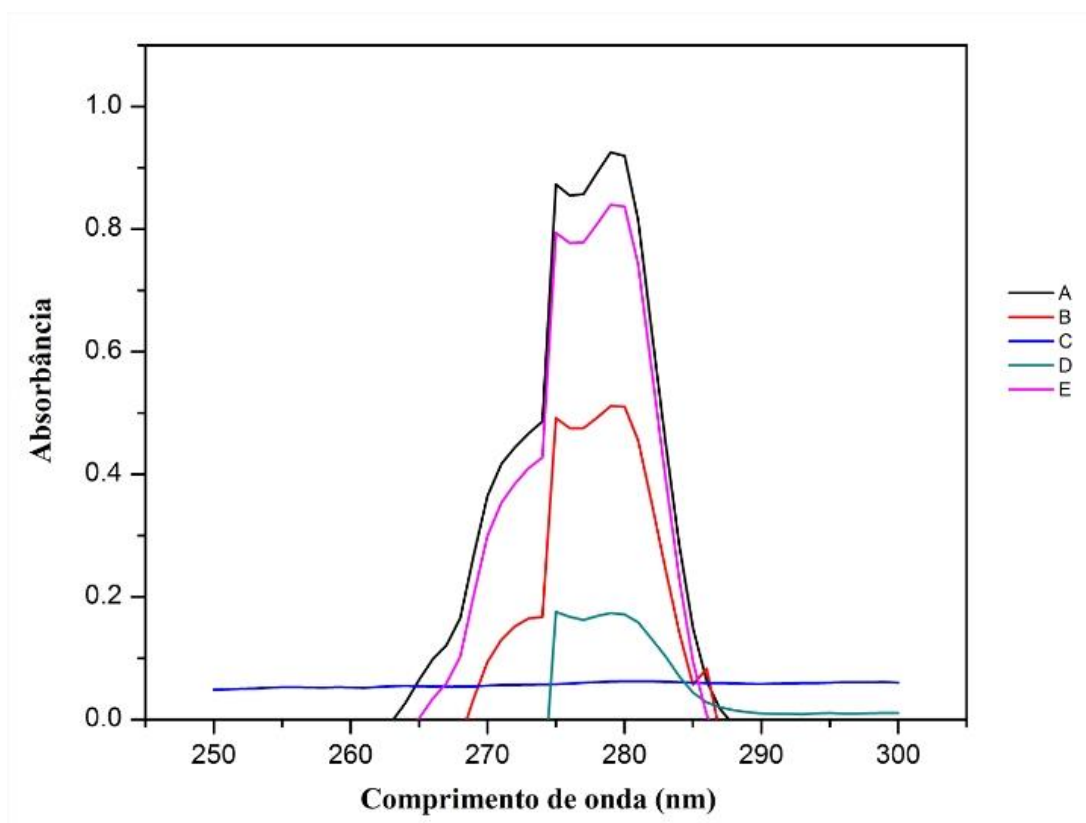
Uekane *et al.* (2016) microencapsularam compostos de aroma sulfuroso com GA e MD DE10 e verificaram micropartículas com tamanhos de 1,6-52,5 μm , e relataram a importância de analisar o tamanho das micropartículas por ser uma propriedade que pode influenciar o processamento e manuseio do produto, além de determinar sua vida de prateleira.

5.3 Eficiência da microencapsulação

A eficiência da microencapsulação é uma das propriedades mais importantes a ser avaliada, no que se refere a comprovar se a retenção do agente ativo, dentro das micropartículas, pelo material de parede foi eficiente. Mahdavi *et al.* (2016) explicam que o sucesso da microencapsulação está vinculado a alta retenção do agente ativo dentro da micropartícula e

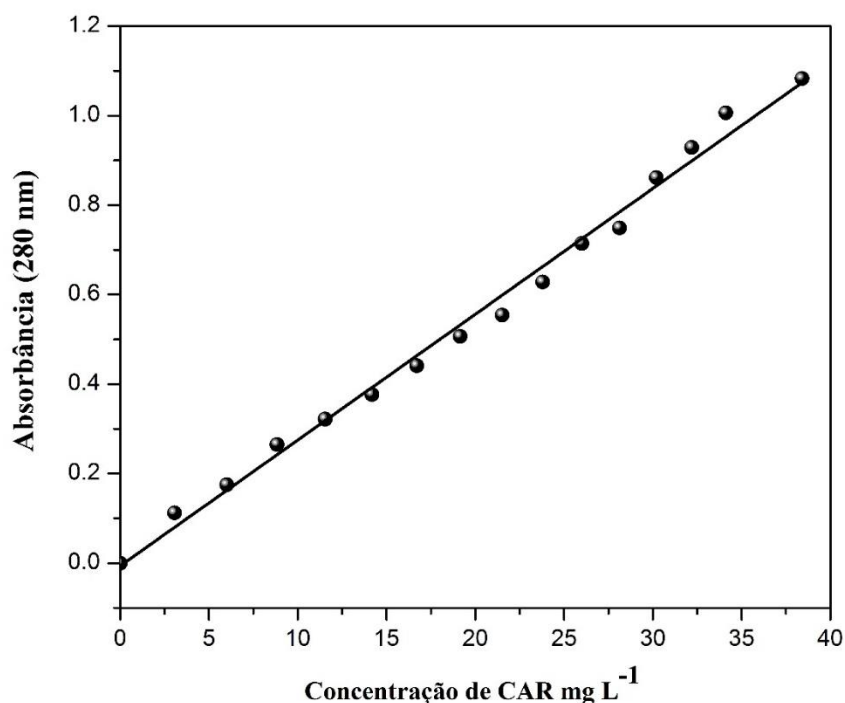
mínima quantidade na sua superfície. Para a realização da referida análise, inicialmente, foram investigados os espectros de absorção do padrão de carvacrol (CAR), do óleo essencial de orégano (OEO), do branco, do carvacrol total (CT) e do carvacrol na superfície das micropartículas (CS), e mostrados na Figura 12.

Figura 12 – Perfil espectrofotométrico do padrão de carvacrol (CAR), do óleo essencial de orégano (OEO), do branco, do carvacrol total (CT) e carvacrol na superfície das micropartículas (CS), onde: A – mistura do padrão de CAR, GA, AM e hexano; B – mistura do OEO, GA, AM e hexano; C – mistura de GA, AM e hexano; D – micropartículas de OEO e hexano (extração superficial); E – micropartículas de OEO e hexano (extração total).



A concentração do CAR total e na superfície das micropartículas foi obtida através da construção de uma curva padrão (método de adição de padrão) (Figura 13) cuja faixa de concentração do padrão de CAR variou de 0 a 40 mg L⁻¹.

Figura 13 – Curva do padrão de carvacrol usada para a análise de eficiência da microencapsulação.



A partir da curva padrão (Figura 13) foi obtida uma equação de regressão linear (Equação 8) para calcular a concentração de CAR nas micropartículas, e posteriormente com o auxílio da Equação 5 conforme item 4.2.5, foi determinada a eficiência da microencapsulação.

$$\text{Abs} = 0,0281[\text{CAR}] - 0,0060 \quad (R^2 = 0,9921) \quad (8)$$

Onde: Abs é a absorbância e [CAR] é a concentração de carvacrol em mg L⁻¹.

Jafari *et al.* (2008) relatam que para a microencapsulação ser considerada eficiente o pó microencapsulado deve apresentar máxima retenção do material no interior do núcleo e mínima na superfície da micropartícula.

O resultado obtido neste trabalho ($80,41 \pm 2,12\%$) mostra que a combinação dos materiais amido modificado Capsul® e GA apresentou um elevado nível de eficiência para as micropartículas de óleo essencial de orégano, o que era esperado e desejado, visto que esta propriedade está relacionada com a proteção do óleo e, conseqüentemente, do carvacrol, seu composto majoritário. Cabe relatar que a alta eficiência obtida pode estar associada a fatores

como a temperatura de secagem e os materiais de parede usados (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007; PORRAS-SAAVEDRA *et al.*, 2015; BOTREL *et al.*, 2017).

No estudo de Costa *et al.* (2013) a microencapsulação do OEO com os materiais GA, AM e MD, em diferentes proporções, resultou numa eficiência de 85,3 – 93%. Foi observado que a eficiência foi influenciada mais significativamente quando se empregou 100% de GA. Segundo os autores, a combinação de GA e AM também influenciou de maneira favorável a eficiência da microencapsulação.

Hijo *et al.* (2015) também microencapsularam o OEO com amido modificado Capsul® e GA, na proporção de 25:75 %, e obtiveram eficiência de 86,2%, considerado pelos autores um nível adequado para óleos em pó.

Fernandes, Borges e Botrel (2014) ao microencapsularam o OE de alecrim com os materiais GA, AM, MD e IN conseguiram valores de eficiência de 26,31 a 61,81%. Segundo os autores um dos parâmetros mais importantes nesta propriedade é a natureza do material de parede, importante na retenção dos compostos voláteis. Estes relataram que os materiais de parede devem ter propriedades adequadas como a de emulsificação, visto que a estabilidade adquirida na emulsão leva a uma maior eficiência e, portanto, uma menor perda de voláteis.

Mahdavi *et al.* (2016) determinaram a eficiência da microencapsulação da antocianina com os materiais de parede goma arábica, maltodextrina e gelatina. O resultado do estudo mostrou que a eficiência foi dependente da combinação dos materiais de parede. A melhor eficiência foi obtida pela combinação da goma arábica com a maltodextrina (aproximadamente 93%). Ao estudarem apenas maltodextrina e maltodextrina com gelatina obiveram uma eficiência bem menor, o que segundo os autores foi devido à falta de propriedade emulsificante e menor capacidade de formação de filmes desses dois materiais.

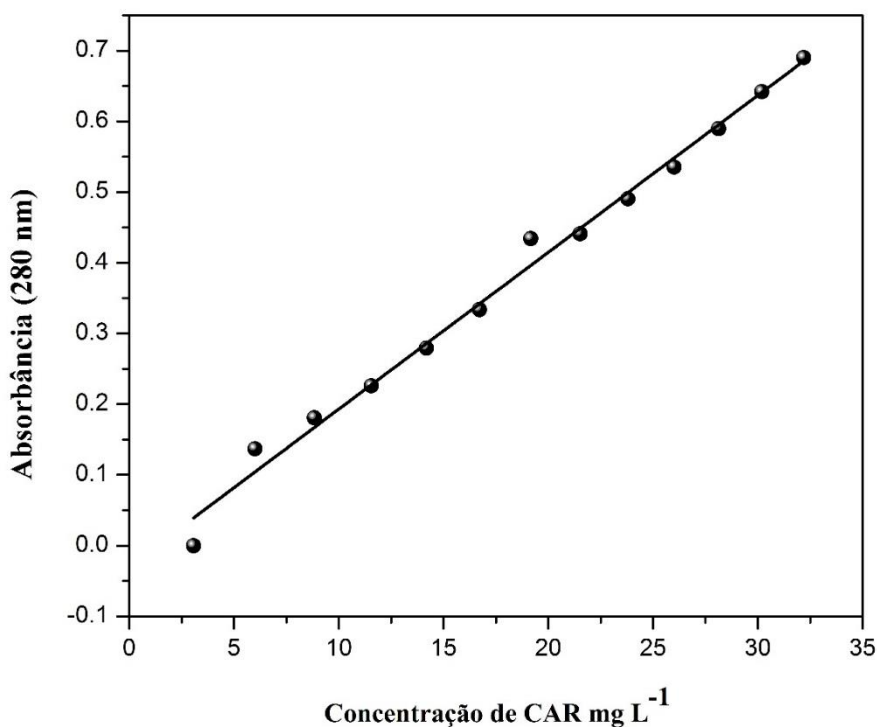
5.4 Liberação Controlada

O presente trabalho avaliou a liberação do carvacrol (CAR) no sistema modelo óleo mineral, compreendido como um sistema neutro. Isto possibilitou estudar a liberação sem as possíveis interferências dos constituintes de um alimento, visto que o carvacrol é o composto majoritário das micropartículas de OEO e o principal responsável pelas suas diversas propriedades.

A concentração do CAR liberado pelas micropartículas no sistema modelo empregando-se o DCCR foi obtida com base na construção de uma curva padrão (método de

adição de padrão) (Figura 14) cuja faixa de concentração do padrão de CAR variou de 0 a 35 mg L⁻¹.

Figura 14 – Curva do padrão de carvacrol usada para a análise de liberação controlada e cinética de liberação.



O cálculo da concentração de CAR liberada pelas micropartículas foi feito através da equação de regressão linear (Equação 9), posteriormente aplicado na Equação 7 descrita no item 4.2.7, e apresentado como o resultado do DCCR (Tabela 7).

$$\text{Abs} = 0,022[\text{CAR}] - 0,028 \quad (R^2 = 0,9903) \quad (9)$$

Onde: Abs é a absorbância e [CAR] é a concentração de carvacrol em mg L⁻¹.

O resultado do DCCR proposto para a análise de liberação controlada do carvacrol é mostrado na Tabela 7, e na Tabela 8 são mostrados os coeficientes de regressão da equação polinomial, os valores de F calculado e tabelado, e o coeficiente de determinação (R^2) para a resposta liberação de carvacrol (CAR) das micropartículas de óleo essencial de orégano.

O modelo ajustado para a variável liberação de carvacrol apresentou baixo valor residual, bom coeficiente de determinação ($R^2 = 87,94$) e ajuste significativo. Para a referida

resposta, o valor de F calculado foi maior que o F tabelado, o que implica que o modelo de regressão mostrou significância a 95 % de confiança.

Tabela 7 – Resultado obtido do delineamento composto central rotacional para a liberação de carvacrol presente nas micropartículas de óleo essencial de orégano produzidas por secagem por atomização.

Ensaio	Variáveis		Resposta
	Agitação (rpm)	Temperatura (°C)	Liberação CAR (%)
1	15	14	41
2	85	14	39
3	15	36	63
4	85	36	60
5	0	25	66
6	100	25	47
7	50	10	37
8	50	40	70
9	50	25	46
10	50	25	47
11	50	25	56

Tabela 8 – Coeficiente de regressão de segunda ordem para a liberação de carvacrol (CAR) contido nas micropartículas de óleo essencial de orégano.

Coefficientes	CAR (%)
β_0	37,56
β_1	-0,28
β_2	0,73*
β_{11}	0,00
β_{22}	0,00
β_{12}	0,00
F calculado	31,46
F tabelado	19,37
R ²	87,94

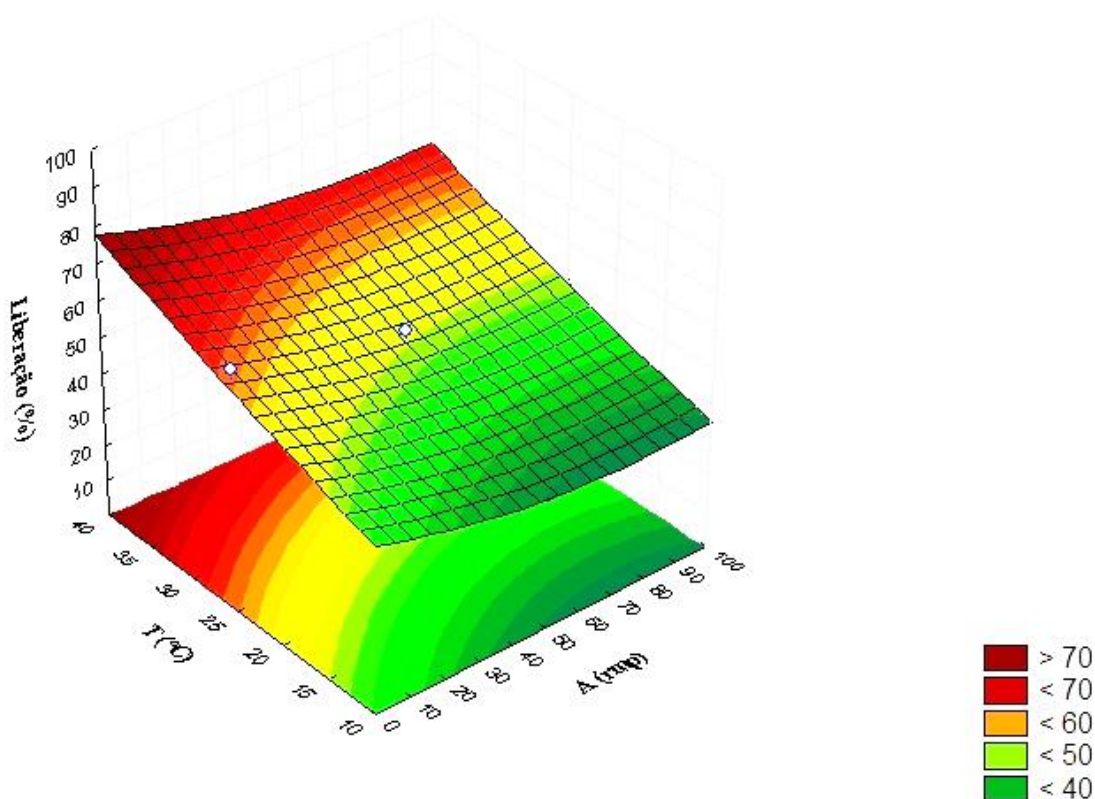
*Significativo a 5% de probabilidade.

Pelos dados da Tabela 8, pode-se observar que foi possível obter modelo estatisticamente significativo e preditivo ajustado aos dados liberação de carvacrol, porém os resultados da análise estatística para a referida resposta indicaram que apenas a variável temperatura (termo linear) apresentou efeito significativo, a 5% de confiança, o qual apresentou valor positivo. Através dos dados experimentais, foi possível verificar que a liberação de carvacrol variou de 37-70% (Tabela 7). O menor valor de liberação foi obtido quando se empregou um valor intermediário de agitação e menor temperatura, já o maior percentual de

liberação ocorreu quando aplicado também uma agitação intermediária e a maior temperatura, levando em consideração a faixa de valores reais das variáveis independentes apresentados na Tabela 4.

Observou-se através do gráfico de superfície de resposta gerado pelo modelo (Figura 15) que a menor temperatura aplicada (10°C) e a agitação intermediária (50 rpm) promoveram uma menor liberação do composto majoritário carvacrol.

Figura 15 – Superfície de resposta para liberação de carvacrol (%) das micropartículas de óleo essencial de orégano, em relação à variação de temperatura (°C) e agitação (rpm).



Embora neste estudo, através dos dados estatísticos, a agitação não tenha influenciado na liberação, sabe-se que esta variável pode favorecer a liberação de compostos, e tal influência pode ser explicada pela Teoria da colisão. De acordo com esta teoria para uma reação ocorrer as partículas devem colidir entre si (VARGAS, 2011). Portanto, a agitação aumenta a velocidade de colisão entre as partículas, o que pode ser determinante no mecanismo de difusão (JIANG; HUANG; WANG, 2016). No presente trabalho, uma possível explicação para a agitação não ter influenciado na liberação do CAR pode ser, provavelmente, pelo fato de que com o aumento da temperatura houve um aumento da energia cinética das micropartículas,

o que pode ter sido suficiente para ocorrer a difusão do CAR, ou seja a agitação não influenciou na liberação.

Asare-Ado *et al.* (2016) em seu estudo sobre liberação constataram que o aumento na liberação foi proporcional a taxa de agitação. Trata-se de um estudo de fármacos, onde os autores avaliaram a liberação da hipromelose de comprimidos aplicando uma agitação ascendente de 5 a 30 rpm e alcançaram uma liberação de 77% de hipromelose.

Em relação a variável temperatura, notou-se que esta variável influenciou positivamente na liberação, conforme o resultado do DCCR (Tabela 7). A menor taxa de liberação (37%) e maior taxa de liberação (70%) foram observadas nas temperaturas de 10°C e 40°C, respectivamente. O resultado obtido é condizente com o esperado, ou seja, a liberação foi maior quando aplicado temperaturas mais elevadas, e a menor liberação foi obtida em temperaturas mais baixas, visto que quanto maior a temperatura maior a agitação entre as moléculas e, conseqüentemente, maior a difusividade. Bhandari *et al.* (1992) citam que temperaturas excessivas podem ocasionar o rompimento das micropartículas, e com isso levar a liberação de compostos voláteis.

Pelos benefícios sensoriais que o carvacrol pode conferir aos produtos nos quais são aplicados, somando-se ao fato de contribuir também para sua vida de prateleira, agregando ainda mais o seu valor, seria desejável que a liberação se processasse de forma mais lenta, propiciando a sua atuação por tempo prolongado. Assim, pensando nos fatores citados, acredita-se que a exposição do carvacrol, e conseqüentemente das micropartículas de óleo essencial de orégano em temperaturas mais baixas seja o mais desejável.

Campelo-Félix *et al.* (2017) estudaram a liberação do óleo essencial de limão de micropartículas produzidas por secagem por atomização, em álcool isopropílico, com três combinações de materiais de parede sendo: isolado proteico de soja, isolado proteico de soja com inulina e isolado proteico de soja com oligofrutose, em diferentes tempos e na temperatura de 30°C. Os valores de liberação obtidos por aqueles autores foram 48; 21,9 e 31,8%, para os materiais supracitados, respectivamente. Foi verificado ainda que o isolado proteico de soja apresentou a maior taxa de liberação do composto bioativo encapsulado devido sua propriedade estrutural que favorece uma rápida difusão do óleo através dos poros.

Gonçalves, Estevinho e Rocha (2017) analisaram o perfil de liberação controlada da vitamina A microencapsulada pela técnica de secagem por atomização em óleo de coco, empregando como materiais de parede a goma arábica (GA) em diferentes concentrações: 2; 5; 10; 15 e 20%, e a liberação foi analisada por espectrofotometria. Os autores concluíram que a

liberação da vitamina A sofreu influência da concentração do material de parede utilizado, sendo que na menor concentração de GA (2%) a liberação foi de 10,8%, e na maior concentração de GA (20%) a liberação foi de 112,6%. Para as demais concentrações analisadas a porcentagem de liberação ficou na faixa intermediária.

Estevinho *et al.* (2016) microencapsularam por secagem por atomização as vitaminas B12 e vitamina C com os materiais de parede quitosana, quitosana modificada e alginato de sódio e determinaram por absorvância a concentração das vitaminas liberadas em água deionizada pelas micropartículas em diferentes tempos. As micropartículas de vitamina B12 com alginato tiveram liberação total (100%) no tempo de 120 minutos. Percentual de liberação similar foi obtido para a vitamina C, com os materiais de parede alginato e quitosana modificada. Os autores concluíram que a seleção dos materiais de parede depende da aplicação pretendida na liberação, isto é, se o desejável é uma liberação lenta ou rápida.

Delfiya *et al.* (2014) compararam o perfil de liberação da oleoresina de açafão microencapsulada em spray drier com a oleoresina extraída por solvente nos pHs 6,8 (simulado do fluido intestinal), 7,4 (solução salina fosfatada) e 1,2 (simulado de fluido gástrico). O resultado encontrado foi uma rápida liberação inicial em todas as soluções, denominada efeito burst, seguido pelo controle da liberação ao final de uma semana.

5.5 Cinética de liberação

A cinética de liberação do carvacrol foi estudada no sistema modelo óleo mineral (OM) para simular a liberação em processos alimentícios. A Tabela 9 mostra os valores dos parâmetros ajustados para a liberação pelos modelos de ordem zero, primeira ordem, Higuchi e Korsmeyer-Peppas.

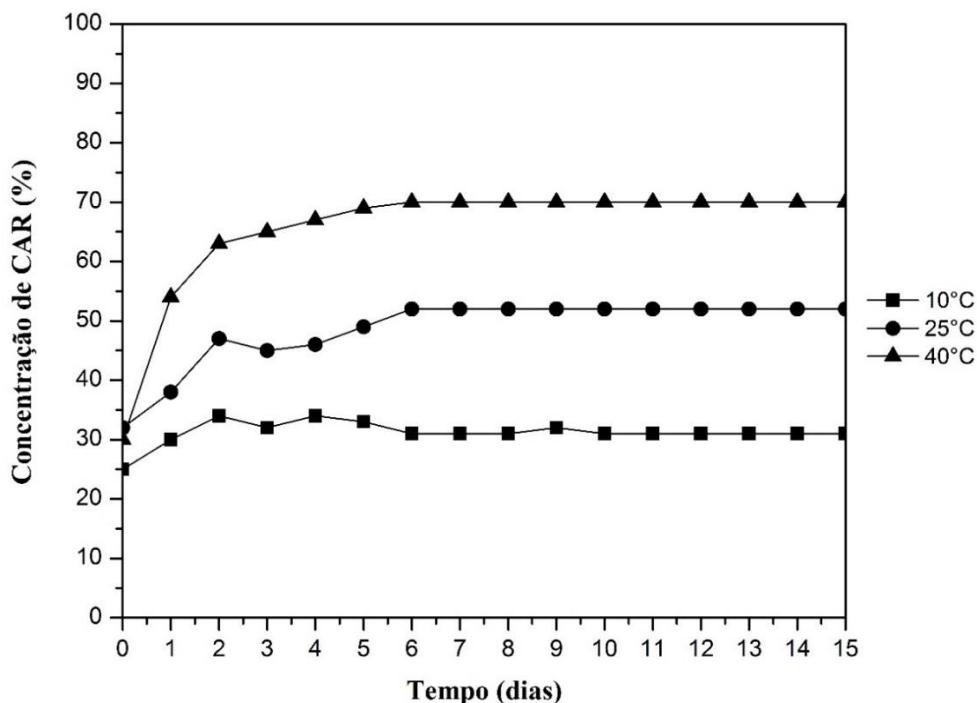
Tabela 9 – Parâmetros dos modelos cinéticos obtidos para a liberação controlada do carvacrol no sistema modelo óleo mineral, às temperaturas de 10°C, 25°C e 40°C.

Temperatura	Ordem zero		Primeira ordem		Higuchi		Korsmeyer-Peppas		
	k	R ²	k	R ²	k	R ²	k	n	R ²
10°C	0,04	11,51	0	11,36	0,61	33,26	2,55	0	65,85
25°C	0,96	77,68	0	75,54	4,94	90,54	10,82	0,27	94,82
40°C	1,4	66,49	0	62,08	7,89	82,51	29,59	0,13	98,02

Pelos dados da Tabela 9 o modelo que melhor se ajustou aos dados foi o de Korsmeyer-Peppas nas temperaturas de 25°C e 40°C, visto que este modelo apresentou os maiores valores de R², acima de 0,94 e 0,98, respectivamente. Neste modelo a liberação do agente ativo ocorre pela difusão e pelo relaxamento das cadeias do polímero (LOPES; LOBO; COSTA, 2005). O coeficiente n está relacionado ao mecanismo de liberação, e como o valor de $n < 0,43$ pode-se dizer que este mecanismo de liberação ocorreu de acordo com a lei de Fick que é caracterizada pela difusão do agente ativo através da matriz, no qual as moléculas se difundem de acordo com um gradiente de potencial químico (CAMPELO-FÉLIX *et al.*, 2018). Campelo-Félix *et al.* (2017) em seu estudo de cinética de liberação associaram a difusão aos carboidratos utilizados e, segundo aqueles autores quando em contato com um solvente os carboidratos tendem a ter alta taxa de relaxamento das cadeias do polímero causado pela adsorção do solvente na estrutura molecular e, com isso, ocorre a ruptura das micropartículas, favorecendo, portanto, a difusão. A mesma hipótese pode ser observada no presente trabalho, visto que na produção das micropartículas de óleo essencial de orégano empregou-se um alto percentual de amido modificado (75%), que é um carboidrato.

A Figura 16 exhibe o perfil da cinética de liberação do carvacrol contido nas micropartículas de óleo essencial de orégano, nas temperaturas controladas de 10°C; 25°C e 40°C, pelo período de 16 dias consecutivos.

Figura 16 – Cinética de liberação do carvacrol das micropartículas de óleo essencial de orégano nas temperaturas controladas de 10°C, 25°C e 40°C.



Pode-se observar através da Figura 16 duas fases cinéticas diferentes, sendo a primeira fase caracterizada por uma rápida liberação do carvacrol, denominada de “Efeito burst” (OLIVEIRA *et al.*, 2017). Esse efeito é associado a rápida liberação do agente ativo localizado próximo ou na superfície da micropartícula (ALVIM; GROSSO, 2010). A segunda fase pode ser observada nas temperaturas de 10°C, 25°C e 40°C, a partir dos tempos 3; 6 e 5 dias, respectivamente, onde o perfil de liberação do carvacrol se tornou constante. Vários fatores podem ser considerados para explicar a liberação do agente ativo através da matriz, entre eles a penetração do meio de liberação na matriz da micropartícula, a espessura da parede, a afinidade do agente ativo com os materiais de parede, a difusão do agente ativo através da matriz, além da molhabilidade e degradação dos materiais de parede (OLIVEIRA *et al.*, 2017; SANS DRAP; MOES, 1997). Devido ao fato da difusão ser o mecanismo predominante na cinética de liberação estudada, as temperaturas aplicadas, provavelmente, foram as responsáveis por esta liberação, como discutido no item 5.4. A Figura 16 mostra que na temperatura de 10°C, menor temperatura aplicada, a concentração liberada de carvacrol foi menor quando comparado à maior temperatura, 40°C, cuja concentração liberada de carvacrol foi mais elevada. Nesse sentido, notou-se que temperaturas altas quando comparadas a

temperaturas mais baixas, promoveram um aumento da difusão, resultado semelhante foi obtido por Beirão-da-Costa *et al.* (2013).

Campelo-Félix *et al.* (2018) produziram micropartículas de óleo essencial de limão com concentrado de proteína de soro e maltodextrina de diferentes dextroses e, os autores estudaram a cinética de liberação das micropartículas produzidas nas temperaturas de 25°C e 45°C, através dos modelos matemáticos de Korsmeyer-Peppas e Higuchi. O modelo que melhor se ajustou a liberação foi o de Korsmeyer-Peppas por ter apresentado a menor liberação e o maior valor de R^2 , 0,99. Ainda naquele estudo, para o parâmetro n a temperatura de 25°C mostrou um mecanismo de liberação caracterizado por difusão, já na temperatura de 45°C a liberação foi definida como anômala, causada pela molhabilidade.

Zandi *et al.* (2017) estudaram através de vários modelos matemáticos a cinética de liberação do cardamomo encapsulado com alginato e proteína de soro, nas temperaturas de 0°C; 20°C e 40°C, e determinaram o melhor modelo a partir do valor de R^2 . Os modelos matemáticos que melhor descreveram a cinética de liberação, foram o de Korsmeyer-Peppas e o de primeira ordem, com valores de R^2 acima de 0,93. Aqueles autores determinaram ainda que o mecanismo de difusão foi o principal mecanismo de liberação, uma vez que o parâmetro n variou entre 0,1981 e 0,2993, nas situações estudadas.

Beirão da Costa *et al.* (2013) microencapsularam óleo de orégano com diferentes concentrações de inulina e determinaram o perfil cinético de liberação. Os autores constataram também duas fases de liberação. A fase inicial de rápida liberação (efeito burst), seguido da segunda fase, na qual a liberação do óleo ficou constante.

Dima *et al.* (2016) analisaram a cinética de liberação do óleo essencial de *Coriandrum sativum* L. microencapsulado por secagem por atomização cujos materiais de parede foram quitosana, alginato e inulina, nos pHs de 2,5 e 6,5. Foi reportado pelos autores o efeito burst no início da liberação, associado, principalmente, ao maior conteúdo de óleo na superfície das micropartículas. Para ambos os valores de pHs o modelo matemático que melhor se ajustou foi o de primeira ordem. No entanto para o pH de 2,5 de acordo com o valor de n , a liberação foi considerada um transporte não Fickiano, e no pH de 6,5 a liberação foi controlada pela difusão.

6 CONCLUSÃO

A emulsão de óleo essencial de orégano apresentou valores adequados de viscosidade e de sólidos totais para o método de secagem por atomização, mas o potencial zeta ficou fora da faixa para estabilidade. A microscopia óptica revelou gotas dispersas, formato arredondado e tamanhos variados.

As micropartículas de óleo essencial de orégano apresentaram baixa atividade de água e umidade, valores considerados bons para prolongar a vida de prateleira das micropartículas e retardar a ação de microrganismos e reações de oxidação. A média da solubilidade foi de 68% e o tamanho médio foi de 16,3 μ m, considerados bons valores quando se refere a alimentos em pó. O tempo de molhabilidade das micropartículas foi considerado alto, próximo de 20 minutos, e o potencial zeta foi de -9,09 mV.

A morfologia das micropartículas de óleo essencial de orégano, em microscopia eletrônica de varredura, mostrou características como formato esférico, ocas, de superfície côncava e rugosa, tamanhos variados e com tendência a aglomeração.

A eficiência da microencapsulação alcançou valor elevado, considerando o processo de secagem por atomização de 80,58%.

Na liberação controlada do carvacrol a variável que apresentou maior influência foi a temperatura. A menor concentração liberada foi observada quando aplicada a temperatura mais baixa (10°C), em óleo mineral, nas condições estudadas.

Para a cinética de liberação o modelo que demonstrou melhor resultado foi o de Korsmeyer-Peppas, e a difusão foi o principal mecanismo de liberação.

Como perspectiva futura, propõe-se aplicar o estudo da liberação controlada de micropartículas em um produto alimentício, controlando além das variáveis aplicadas outras possíveis variáveis com a finalidade de obter melhores resultados, e que possibilitem a aplicação da liberação controlada na indústria de alimentos.

REFERÊNCIAS

- ABEDI, A-S. *et al.* Microencapsulation of Nigella sativa seeds oil containing thymoquinone by spray-drying for functional yogurt production. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 51, p. 2280-2289. 2016.
- AGHBASHLO, M. *et al.* The correlation of wall material composition with flow characteristics and encapsulation behavior of fish oil emulsion. **Food Research International**, v. 49, p. 379-388. 2012.
- AI, Y.; JANE, J-L. Gelatinization and rheological properties of starch. **Starch**, v. 67, p. 213-224. 2015.
- ALINKINA, E. S.; MISHARINA, T. A.; FATKULLINA, L. D. Antiradical Properties of Oregano, Thyme, and Savory Essential Oils. **Applied biochemistry and microbiology**, v. 49, n. 1, p. 73-78. 2013.
- ALVIM, I. D.; GROSSO, C. R. F. Microparticles obtained by complex coacervation: influence of the type of reticulation and the drying process on the release of the core material. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 4, p. 1069-1076, out./dez. 2010.
- ANSARIFAR, E. *et al.* Novel multilayer microcapsules based on soy protein isolate fibrils and high methoxyl pectin: Production, characterization and release modeling. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 97, p. 761-769. 2017.
- AOAC. **Association of Official Analytical Chemists**. Official methods of analysis. 16. ed. Washington DC, EUA. 1998.
- AOAC. **Association of Official Analytical Chemists**. Official methods of analysis. 18. ed. Gaithersburg, Maryland, EUA. 2005.
- ARFA, A. B. *et al.* Coating papers with soy protein isolates as inclusion matrix of carvacrol. **Food Research International**, v. 40, p. 22-32. 2007.
- ARRIETA, M. P. *et al.* Functional properties of sodium and calcium caseinate antimicrobial active films containing carvacrol. **Journal of Food Engineering**, v. 121, p. 94-101. 2014.
- ARTAJO, L. S. *et al.* Enrichment of refined olive oil with phenolic compounds: Evaluation of their antioxidant activity and their effect on the bitter index. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, p. 6079-6088. 2006.
- ASARE-ADDO, K. *et al.* Drug release from E chemistry hypromellose tablets using the Bio-Dis USP type III apparatus: An evaluation of the effect of systematic agitation and ionic strength. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 143, p. 481-489. 2016.
- ASBAHANI A. E. *et al.* Essential oils: From extraction to encapsulation. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 483, p. 220-243. 2015.
- ASENSIO, C. M. *et al.* Antioxidant stability study of oregano essential oil microcapsules prepared by spray-drying. **Journal of Food Science**, v. 82, n. 12, p. 2864-2872. 2017.

- AUGUSTIN, M. A.; SANGUANSRI, L.; BODE, O. Maillard reaction products as encapsulants for fish oil powders. **Journal of Food Science**, v.71, n.2, p.25-32. 2006.
- AZEREDO, H. M. C. de. Encapsulação: aplicação à tecnologia de Alimentos. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 16, n. 1, p. 89-97, jan./mar. 2005.
- BAKRY, A. M. *et al.* Microencapsulation of oils: A comprehensive review of benefits, techniques, and applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, p. 1-40. 2015.
- BAKRY, A. M. *et al.* Stability of tuna oil and tuna oil/peppermint oil blend microencapsulated using whey protein isolate in combination with carboxymethyl cellulose or pullulan. **Food Hydrocolloids**, v. 60, p. 559-571. 2016.
- BARBOSA-CANÓVAS, G. V. *et al.* **Food powders, physical properties, processing, and functionality**. Kluwer Academic/ Plenum Publishers, New York, 2005. p. 271-304.
- BARRETO, A. R. *et al.* Materiais de revestimento utilizados na microencapsulação de Probióticos. **Ciência e Natura**, Santa Maria v.37, p. 164-174, dez. 2015.
- BARROS NETO, B.; SCARMINO, S. I.; BRUSN, E. R. **Planejamento e otimização de experimentos**. 2. ed. Campinas: Unicamp, 1996. 300 p.
- BARROSO, A. K. M. *et al.* Oxidative stability and sensory evaluation of microencapsulated flaxseed oil. **Journal of Microencapsulation**, v.31, n. 2, p. 193-201. 2014.
- BATTISTA, C. A. di *et al.* The use of arabic gum, maltodextrin and surfactants in the microencapsulation of phytosterols by spray drying. **Powder Technology**, v. 286, p. 193-201. 2015.
- BEIRÃO-DA-COSTA, S. *et al.* Effect of the matrix system in the delivery and in vitro bioactivity of microencapsulated Oregano essential oil. **Journal of Food Engineering**, v. 110, p. 190-199. 2012.
- BEIRÃO-DA-COSTA, S. *et al.* Inulin potential for encapsulation and controlled delivery of Oregano essential oil. **Food Hydrocolloids**, v. 33, p. 199-206. 2013.
- BHANDARI, B. R. *et al.* Flavor encapsulation by spray drying: application to citral and linalyl acetate. **Journal of Food Science**, v. 57, n. 1, p. 217-221. 1992.
- BHANDARI, B. R., PATEL, K. C.; CHEN, X. D. Spray dryer of food materials-process and product characteristics. In: CHEN, X. D.; MUJUMDAR, A. S. **Drying Technologies in Food**. Blackwell Publishing Ltd., p. 113-159. 2008.
- BIZZO, H. R. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**, v. 32, n. 3, p. 588-594. 2009.
- BOTREL, D. A. *et al.* Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, p. 2289-2296. 2012.

BOTREL, D. A. *et al.* Application of cashew tree gum on the production and stability of spraydried fish oil. **Food Chemistry**, v. 221, p. 1522-1529. 2017.

BRAGA, A. C. C. *et al.* Avaliação da influência da temperatura e do tratamento enzimático no comportamento reológico do suco de abacaxi pérola (*Ananas comosus* L. Merr.). **Revista Brasileira de Fruticultura**, Jaboticabal, São Paulo, v. 35, n. 1, p. 226-237, mar. 2013.

CABARKAPA, I. S.; DURAGIC, O. M.; KOSTADINOVIC, L. M. Essential oils: Mode of antimicrobial activity and potential application in food systems. **Agro Food Industry High Technology**, v. 27, n. 3, p. 61-64, may./june. 2016.

CALVO, P. *et al.* Effects of microcapsule constitution into the quality of microencapsulated walnut oil. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 113, p. 1273-1280. 2011.

CAMPARINO, O. A. *et al.* Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (Philippine 'Carabao' var.) powder. **Journal of Food Engineering**, v. 111, p. 135-148. 2012.

CAMPELO-FÉLIX, P. H. **Microencapsulação de óleo essencial de canela por atomização com emprego de diferentes materiais de parede**. 2014. 92f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Minas Gerais, 2014. Disponível em: www.bibliotecadigital.ufmg.br/dspace/bitstream/handle/1843/BUBD9WRJ69/disserta_o_final_phcfelix.pdf?seuqnce=1. Acesso em: 10 mai. 2016.

CAMPELO, P. H. *et al.* Stability of lime essential oil microparticles produced with protein-carbohydrate blends. **Food Research International**, v. 105, p. 936-944. 2018.

CAMPELO-FÉLIX, P. H. *et al.* Prebiotic carbohydrates: effect on reconstitution, storage, release, and antioxidant properties of lime essential oil microparticles. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 65, p. 445-453. 2017.

CANO-CHAUCA, M. *et al.* Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420-428. 2005.

CARMO, E. L.; FERNADES, R. V. B.; BORGES, S. V. Microencapsulação por spray drying, novos biopolímeros e aplicações na tecnologia de alimentos. **Revista de Engenharia Química e Química**, v. 1, n. 2, p. 30-44. 2015.

CARNEIRO, H. C. F. **Microencapsulação de óleo de linhaça por spray drying: influência da utilização de diferentes combinações de materiais de parede**. 113 f. 2011. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo. 2011. Disponível em: <repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/255170>. Acesso em: 03 mar. 2017.

CARVALHO, A. G. S.; SILVA, V. M.; HUNBIGER, M. D. Microencapsulation by spray drying of emulsified green coffee oil with two-layered membranes. **Food Research International**, v. 61, p. 236-245. 2014.

- CAZADO, C. P. S.; PINHO, S. C. de. Effect of different stress conditions on the stability of quercetin-loaded lipid microparticles produced with babacu (*Orbignya speciosa*) oil: evaluation of their potential use in food applications. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 36, n. 1, p. 9-17, Jan./Mar. 2016.
- CHEN, J. *et al.* Encapsulation of carotenoids in emulsion-based delivery systems: Enhancement of b-carotene water-dispersibility and chemical stability. **Food Hydrocolloids**, v. 69, p. 49-55. 2017.
- CORRE, D. L.; ANGELLIER, COUSSY, H. Preparation and application of starch nanoparticles for nanocomposites: A review. **Reactive & Functional Polymers**, v. 85, p. 97-120. 2014.
- COSTA, J. M. G. da *et al.* Matrix structure selection in the microparticles of essential oil oregano produced by spray dryer. **Journal of Microencapsulation**, v. 30, n. 8, p. 717-727. 2013.
- COSTA, J. M. G. da *et al.* Physical and thermal stability of spray-dried Swiss cheese bioaroma powder. **Drying Technology**, v. 33, p. 346-354. 2015-a.
- COSTA, J. M. G. da *et al.* Microencapsulation of Swiss cheese bioaroma by spray-drying: Process optimization and characterization of particles. **Powder Technology**, v. 274, p. 296-304. 2015-b.
- COSTA, S. S. *et al.* Drying by spray drying in the food industry: Microencapsulation, process parameters and main carriers used. **African Journal of Food Science**, v. 9, n. 9, p. 462-470, sept. 2015.
- DALMORO, A. *et al.* Intensifying the microencapsulation process: Ultrasonic atomization as an innovative approach. **European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics**, v. 80, p. 471-477. 2012.
- DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de Alimentos de Fennema**. 4. ed. Porto Alegre: Artmed Editora S.A, 2010.
- DELFIYA, D. S. A. *et al.* Microencapsulation of turmeric oleoresin by spray drying and *in vitro* release studies of microcapsules. **Journal of Food Process Engineering**, v. 38, p. 37-48. 2015.
- DERNADIN, C. C.; SILVA, L. P. da. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, Santa Catarina, v. 39, n. 3, p. 945-954, mai./jun. 2009.
- DESAI, K. G. H.; PARK, H. J. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. **Drying Technology**, v. 23, p. 1361-1394. 2005.
- DIAS, D. R. *et al.* Encapsulation as a tool for bioprocessing of functional foods. **Current Opinion in Food Science**, v.13, p. 31-37. 2017.

DIMA, C. *et al.* The kinetics of the swelling process and the release mechanisms of *Coriandrum sativum* L. essential oil from chitosan/alginate/inulin Microcapsules. **Food Chemistry**, v. 195, p. 39-48. 2016.

EDRIS, A. E. *et al.* Microencapsulation of *Nigella sativa* oleoresin by spray drying for food and nutraceutical applications. **Food Chemistry**, v. 204, p. 326-333. 2016.

EMBRAPA. **Princípios de secagem nos alimentos**. Planaltina, DF, 2010. Disponível em: <<http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/883845/1/doc276.pdf>>. Acesso em: 17 abr. 2017.

ESTEVINHO, B. N. *et al.* Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications e A review. **Trends in Food Science & Technology**, v. 31, p. 138-155. 2013.

ESTEVINHO, B. N. *et al.* Microencapsulation of β -galactosidase with different biopolymers by a spray-drying process. **Food Research International**, v. 64, p. 134-140. 2014.

ESTEVINHO, B. N. *et al.* Soluble vitamins (vitamin B12 and vitamin C) microencapsulated with different biopolymers by a spray drying process. **Powder Technology**, v. 289, p. 71-78. 2016.

ETCHEPARE, M. de A. *et al.* Microencapsulação de compostos bioativos pelo método de extrusão. **Ciência e Natura**, Santa Maria v.37, p. 97-105. 2015.

FATHI, M. *et al.* Nanoencapsulation of food ingredients using carbohydrate based delivery systems. **Trends in Food Science & Technology**, v. 39, p. 18-39. 2014.

FAVARO-TRINDADE, C. S.; PINHO, S. C. de; ROCHA, G. A. Revisão: Microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Brazilian Journal Food Technology**, v. 11, n. 2, p. 103-112, abr./jun. 2008.

FAZAEI, M. *et al.* Effect of spray drying conditions and feed composition on the physical properties of black mulberry juice powder. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 667-675. 2012.

FERNANDES, L. P.; CANDIDO, R. C.; OLIVEIRA, W. P. Spray drying microencapsulation of *Lippia sidoides* extracts in carbohydrate blends. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 425-432. 2012.

FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 33, p. 171-178, fev. 2013.

FERNANDES, R. V. de B. *et al.* Physical and chemical properties of encapsulated rosemary essential oil by spray drying using whey protein–inulin blends as carriers. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 49, p. 1522-1529. 2014.

FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Gum arabic/starch/maltodextrin/inulin as wall materials on the microencapsulation of rosemary essential oil. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 524-532. 2014.

FERNANDES, R. V. de B. *et al.* Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. **Industrial Crops and Products**, v. 94, p. 413-423. 2016.

FERRARI, C. C. *et al.* Influence of carrier agents on the physicochemical properties of blackberry powder produced by spray drying. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, p. 1237-1245. 2012.

FERRARI, C. C.; GERMER, S. P. M.; AGUIRRE, J. M. Effects of spray-drying conditions on the physicochemical properties of blackberry powder. **Drying Technology**, v. 30, p. 154-163. 2012.

FIGIEL, A. *et al.* Composition of oregano essential oil (*Origanum vulgare*) as affected by drying method. **Journal of Food Engineering**, v. 98, p. 240-247. 2010.

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

FUCS, M. *et al.* Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 75, p. 27-35. 2006.

GARCIA, L. C. **Microencapsulação por *spray-drying* de óleo essencial de manjeriço**. 217 f. 2013. Dissertação (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo. 2013. Disponível em: <<http://repositorio.unicamp.br/handle/REPOSIP/255152>>. Acesso em: 10 fev. 2017.

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

GONÇALVES, A.; ESTEVINHO, B. N.; ROCHA, F. Design and characterization of controlled-release vitamin A microparticles prepared by a spray-drying process. **Powder Technology**, v. 305, p. 411-417. 2017.

GUARDA, A. *et al.* The antimicrobial activity of microencapsulated thymol and carvacrol. **International Journal of Food Microbiology**, v. 146, p. 144-150. 2011.

HE, H. *et al.* Improved stability and controlled release of CLA with spray-dried microcapsules of OSA-modified starch and xanthan gum. **Carbohydrate Polymers**, v. 147, p. 243-250. 2016.

HIJO, A. A. C. T. *et al.* Physical and thermal properties of oregano (*Origanum vulgare* L.) essential oil microparticles. **Journal of Food Process Engineering**, v. 38, p. 1-10. 2015.

HUERTAS, R. A. P. Revisión: Microencapsulación de Alimentos. **Revista Facultad Nacional de Agronomía**, Medellín, v. 63, n. 2, p. 5669-5684. 2010.

JACOBS, I. C.; MASON, N. S. Polymer delivery systems concepts. In: EL-NOKAKY, M. A.; PIATT, D. M.; CHARPENTIER, B. A. **Polymeric Delivery Systems**. America Chemical Society. Washington, 1993. p. 1-17.

- JAFARI, S. M. *et al.* Nano-particle encapsulation of fish oil by spray drying. **Food Research International**, v. 41, p. 172-183. 2008.
- JANISZEWSKA, E.; JEDLINSKA, A.; WITROWA-RAJCHERT, D. Effect of homogenization parameters on selected physical properties of lemon aroma powder. **Food and Bioproducts Processing**, v. 94, p. 405-413. 2015.
- JIANG, J.; HUANG, X.; WANG, L. Effect of forced convection on the collision and interaction between nanoparticles and ultramicroelectrode. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 467, p. 158-164. 2016.
- JORGE, N.; VERONEZI, C. M.; RÉ, P. V. del. Antioxidant effect of thyme (*Thymus vulgaris L.*) and oregano (*Origanum vulgare L.*) extracts in soybean oil under the rmoxidation. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 39, p. 1399-1406. 2015.
- JULIO, L. M. *et al.* Chia seed oil-in-water emulsions as potential delivery systems of α -3 fatty acids. **Journal of Food Engineering**, v. 162, p. 48-55. 2015.
- KANAKDANDE, D.; BHOSALE, R.; SHINGAL, R. S. Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arabic, maltodextrin and modified starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 67, p. 536-541. 2007.
- KASPAR, O.; JAKUBEC, M.; STEPANEK, F. Characterization of spray dried chitosan-TPP microparticles formed by two- and three-fluid nozzles. **Powder Technology**, v. 240, p. 31-40. 2013.
- KESHANI, S. *et al.* Spray drying: an overview on wall deposition, process and modeling. **Journal of Food Engineering**, v. 146, p. 152-162. 2015.
- KHURI, A. I.; CORNELL, J. A. **Response Surfaces: Designs and Analyses**. 2. ed. Gainesville, Florida: Marcel Dekker. 1996.
- KOSEGARTEN-CONDE, C. E.; JIMÉNEZ-MUNGUÍA, M. T. Factores principales que intervienen en la estabilidad de una emulsión doble. **Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos**, v. 6, n. 2, p. 1-18. 2012.
- KRISHNAN, S.; BOSALE, R.; SINGHAL, R. S. Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. **Carbohydrate Polymers**, v. 61, p. 95-102. 2005.
- LAMYRHEOLOGY. RM 200 Operating instructions. 2013.
- LOPES, C. M.; LOBO, J. M. S.; COSTA, P. Formas farmacêuticas de liberação modificada: polímeros hidrofílicos. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 41, p. 143-154. 2005.
- LUNA-GUEVARA, J. J. *et al.* Microencapsulation of walnut, peanut and pecan oils by spray drying. **Food Structure**, v. 12, p. 26-32. 2017.

MACHADO, B. F. M. T.; JUNIOR, A. F. Óleos essenciais: aspectos gerais e usos em terapias naturais. **Caderno acadêmico**, Tubarão, v. 3, n. 2, p. 105-127. 2011.

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

MAHDAVI, S. A. *et al.* Storage stability of encapsulated barberry's anthocyanin and its application in jelly formulation. **Journal of Food Engineering**, v. 181, p. 59-66. 2016.

MAJEED, H. *et al.* Essential oil encapsulations: uses, procedures, and trends. **Royal Society of Chemistry**, v. 5, p. 58449-58463. 2015.

MASTERS. **Spray drying handbook**. 4. ed. Halstead Press, New York, 696 p, 1985.

MATALANIS, A.; JONES, O. G.; MCCLEMENTS, D. J. Structured biopolymer-based delivery systems for encapsulation, protection, and release of lipophilic compounds. **Food Hydrocolloids**, v. 25, p. 1865-1880. 2011.

MCCLEMENTS, D. J. Critical review of techniques and methodologies for characterization of emulsion stability. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 47, p. 611-649. 2007.

MEHRNIA, M-A. *et al.* Rheological and release properties of double nano-emulsions containing crocin prepared with Angum gum, Arabic gum and whey protein. **Food Hydrocolloids**, v. 66, p. 259-267. 2017.

MOZAFARI, M. R. *et al.* Recent trends in the lipid-based nanoencapsulation of antioxidants and their role in foods. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 86, p. 2038-2045. 2006.

MURIEL-GALET, V. *et al.* Antioxidant and antimicrobial properties of ethylene vinyl alcohol copolymer films based on the release of oregano essential oil and green tea extract components. **Journal of Food Engineering**, v. 149, p. 9-16. 2015.

NAVAS, J. S. R. Introducción a la reología de los alimentos. Universidade Del Vale, Colombia, **Recitela**, v. 6, n. 1. 2006.

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

NESTERENKO, A. *et al.* A new way of valorizing biomaterials: The use of sunflower protein for α -tocopherol microencapsulation. **Food Research International**, v. 53, p. 115-124. 2013.

NG, S-K. *et al.* Effect of total solids content in feed emulsion on the physical properties and oxidative stability of microencapsulated kenaf seed oil. **Food Science and Technology**, v. 58, p. 627-632. 2014.

NICOLETTI, C. D.; FRASSON, A. P. Z. Formas de liberação controlada: Revisão Bibliográfica e Avaliação Comparativa da Qualidade de Comprimidos Retard de Nifedipina 20mg de Referência e Similar. **Revista Contexto e saúde**, Unijuí, v. 5, n. 10, p. 65-74. 2006.

- NILSSON, L.; BERGENSTAHL, B. Adsorption of hydrophobically modified anionic starch at oppositely charged oil/water interfaces. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 308, p. 508-513. 2007.
- NOELLO, C. *et al.* Spray dried microparticles of chia oil using emulsion stabilized by whey protein concentrate and pectin by electrostatic deposition. **Food Research International**, v. 89, p. 549-557. 2016.
- NOKHODCHI, A. *et al.* The Role of Oral Controlled Release Matrix Tablets in Drug Delivery Systems. **Bioimpacts**, v. 2, n. 4, p. 175-187. 2012.
- NUNES, G. L. *et al.* Microencapsulação de culturas probióticas: princípios do método de spray drying. **Ciência e Natura**, Santa Maria v.37, p. 132-141. 2015.
- OLIVEIRA, O. W.; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (*spray drying*) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 20, p. 641-650. 2010.
- OLIVEIRA, D. A. *et al.* Encapsulation of passion fruit seed oil by means of supercritical antisolvent process. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 129, p. 96-105. 2017.
- OLMEDO, R.; NEPOTE, V.; GROSSO, R. N. Antioxidant activity of fractions from oregano essential oils obtained by molecular distillation. **Food Chemistry**, v. 156, p. 212-219. 2014.
- PARAMITA, V.; FURUTA, T.; YOSHII, H. High-Oil-Load Encapsulation of Medium-Chain Triglycerides and *d*-Limonene Mixture in Modified Starch by Spray Drying. **Journal of Food Science**, v. 77, n. 2, p. 38-44. 2012.
- PEREIRA, T. **Microencapsulação do óleo eugenol pelo método de spray drying**. 47f. 2007. Dissertação (Graduação em Química). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007. Disponível em: https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/105202/Taize_Pereira.pdf?sequence=1&isAllowed=y. Acesso em: 12 ago. 2017.
- PEZZINI, B. R.; SILVA, M. A. S.; FERRAZ, H. G. Formas farmacêuticas sólidas orais de liberação prolongada: sistemas monolíticos e multiparticulados. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 43, n. 4, out./dez. 2007.
- PISHUT, N. Spray drying technique of fruit juice powder: some factors influencing the properties of product. **International Food Research Journal**, v. 19, n. 4, p. 1297-1306. 2012.
- PORRAS-SAAVEDRA, J. *et al.* Microstructural properties and distribution of components in microparticles obtained by spray-drying. **Journal of Food Engineering**, v. 152, p.105-112. 2015.
- POTHAKAMURY, U. R.; BARBOSA-CANOVÁS, G. V. Fundamental aspects of controlled release in foods. **Trends in food Science & technology**, v. 6, n. 12, p. 397-406. 1995.

- QUIROGA, A. L. B. Amidos. **Food Ingredients Brasil**, n. 35, p. 31-56. 2015.
- RAJABI, H. *et al.* Retention of saffron bioactive components by spray drying encapsulation using maltodextrin, gum Arabic and gelatin as wall materials. **Food Hydrocolloids**, v. 51, p. 327-337. 2015.
- RAY, S.; RAYCHAUDHURI, U.; CHAKRABORTY, R. An overview of encapsulation of active compounds used in food products by drying technology. **Food Bioscience**, v. 13, p. 76-83. 2016.
- RÉ, M. I. Microencapsulation by spray drying. **Dry Technology**, v. 16, n. 6, p.1195-1236. 1998.
- REBELLO, F. de F. P. microencapsulação de ingredientes alimentícios. **Revista Agrogeoambiental**, p. 134-144, dez. 2009.
- RIGON, R. T.; NORENÃ, C. P. Z. Microencapsulation by spray-drying of bioactive compounds extracted from blackberry (*rubus fruticosus*). **Journal of Food Science and Technology**, v. 53, n. 3, p. 1515-1524, mar. 2016.
- ROCHA, G. A.; FÁVARO-TRINDADE, C. S.; GROSSO, C. R. F. Microencapsulation of lycopene by spray drying: characterization, stability and application of microcapsules. **Food and Bioproducts Processing**, v. 90, p. 37-42. 2012.
- RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 2. ed. Campinas, SP: Cárita Editora, 2009.
- RODRÍGUEZ, J. *et al.* Current encapsulation strategies for bioactive oils: From alimentary to pharmaceutical perspectives. **Food Research International**, v. 83, p. 41-59. 2016.
- ROSA, C. G. da *et al.* Characterization and evaluation of physicochemical and antimicrobial properties of zein nanoparticles loaded with phenolics monoterpenes. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 481, p. 337-344. 2015.
- RUTZ, J. K. **Caracterização e microencapsulação do suco de pitanga roxa (Eugenia uniflora L.)**. 105 f. 2013. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2013. Disponível em: <http://dctaufpel.com.br/ppgcta/manager/uploads/documentos/dissertacoes/dissertacao_josiane_kuhn_rutz.pdf>. Acesso em: 04 jan. 2017.
- SALVIM, M. O. *et al.* Production and structural characterization of solid lipid microparticles loaded with soybean protein hydrolysate. **Food Research International**, v. 76, p. 689-696. 2015.
- SANCHEZ-REINOSO, Z.; OSORIO, C.; HERRERA, A. Effect of microencapsulation by spray drying on cocoa aroma compounds and physicochemical characterisation of microencapsulates. **Powder Technology**, v. 318, p. 110-119. 2017.

SANSDRAP, P.; MOES, A. J. In vitro evaluation of the hydrolytic degradation of dispersed and aggregated poly (DL -lactide-co-glycolide) microspheres. **Journal of Controlled Release**, v. 43, p. 47-58. 1997.

SANTANA, A. A. *et al.* Influence of different combinations of wall materials on the microencapsulation of jussara pulp (*Euterpe edulis*) by spray drying. **Food Chemistry**, v. 212, p. 1-9. 2016.

SANTOS, A. B.; FERREIRA, V. P.; GROSSO, C. R. F. Microcápsulas Uma alternativa viável. Microencapsulação de produtos sensíveis a oxidação óleo resina de páprica. **Biotecnologia Ciência e Desenvolvimento**, v. 3, n. 16, p. 26-30. 2001.

SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of Food Ingredients. **Critical Review in Food Science and Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 501-547. 1993.

SILVA, C. *et al.* Administração oral de peptídeos e proteínas: II. Aplicação de métodos de microencapsulação. **Revista Brasileira de Ciências**, v. 39, n. 1, p. 1-20, jan./mar. 2003.

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

SILVA, J. C. da *et al.* Characterization, physicochemical stability, and evaluation of in vitro digestibility of solid lipid microparticles produced with palm kernel oil and tristearin. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 34, n. 3, p. 532-538, jul./sept. 2014.

SILVA, P. T. da *et al.* Microencapsulation: concepts, mechanisms, methods and some applications in food technology. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 44, n. 7, p. 1304-1311, jul. 2014.

SILVA, V. M.; VIEIRA, G. S.; HUBINGER, M. D. Influence of different combinations of wall materials and homogenisation pressure on the microencapsulation of green coffee oil by spray drying. **Food Research International**, v. 61, p. 132-143. 2014.

SOBRINHO, E. C. de S.; FARIAS, M. C. A microencapsulação na indústria alimentícia. **Infarma**, v.24, p. 84-93. 2012.

SOUZA, A. L. R. de *et al.* Microencapsulação de sucos e polpas de frutas por *spray drying*: uma revisão. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 17, n. 3, p.327-338. 2015.

SUBTIL, S. F. *et al.* Effect of spray drying on the sensory and physical properties of hydrolysed casein using gum arabic as the carrier. **Journal Food Science Technology**, v. 51, n. 9, p. 2014-2021, sept. 2014.

SUKHOTU, R. *et al.* Changes in physiochemical properties and stability of peanut oil body emulsions by applying gum arabic. **Food Science and Technology**, v. 68, p. 432-438. 2016.

SUNTRES, Z. E.; COCCIMIGLIO, J.; ALIPOUR, M. The Bioactivity and Toxicological

Actions of Carvacrol. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 55, p. 304-318. 2015.

SWEEDMAN, M. C. *et al.* Structure and physicochemical properties of octenyl succinic anhydride modified starches: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, p. 905-920. 2013.

TAMNAK, S. *et al.* Physicochemical properties, rheological behavior and morphology of pectin-pea protein isolate mixtures and conjugates in aqueous system and oil in water emulsion. **Food Hydrocolloids**, v. 56, p. 405-416. 2016.

TATAR, F. *et al.* Evaluation of hemicellulose as a coating material with gum arabic for food microencapsulation. **Food Research International**, v. 57, p. 168-175. 2014.

TONGNUANCHAN, P.; BENJAKUL, S. Essential Oils: Extraction, Bioactivities, and Their Uses for Food Preservation. **Journal of Food Science**, v. 79, n. 7, p. 1231-1249. 2014.

TONGNUANCHAN, P.; BENJAKUL, S. Essential Oils: Extraction, Bioactivities, and Their Uses for Food Preservation. **Journal of Food Science**, v. 79, n. 7, p. 1231-1249. 2014.

TONON, R. V.; GROSSO, C. R. F.; HUBINGER, M. D. Influence of emulsion composition and inlet air temperature on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. **Food Research International**, v. 44, p. 282-289. 2011.

TONON, R. V. **Secagem por atomização do suco de açaí: Influência das variáveis de processo, qualidade e estabilidade do produto**. 242f. 2009. Dissertação (Doutorado em Engenharia de Alimentos), Universidade Estadual de Campinas, Campinas. São Paulo. 2009. Disponível em: <repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/255160>. Acesso em: 03 mar. 2017.

UEKANE, T. M. *et al.* Sulfur aroma compounds in gum Arabic/maltodextrin microparticles. **Food Science and Technology**, v. 70, p. 342-348. 2016.

VARGAS, J. A. V. Cinética de combustão de óleo pesado por calorimetria de taxa acelerada. 198 f. 2011. Dissertação (Mestrado em Ciências e Engenharia de Petróleo), Universidade Estadual de Campinas, Campinas. São Paulo. 2011. Disponível em: <repositorio.unicamp.br/bitstream/REPOSIP/265511/1/VidalVargas_JanethAlina_M.pdf>. Acesso em: 01 set. 2017.

VASILE, F. E. *et al.* Physicochemical, interfacial and emulsifying properties of a nonconventional exudate gum (*Prosopis alba*) in comparison with gum arabic. **Food Hydrocolloids**, v. 56 p. 245-253. 2016.

VISSOTTO, F. Z. *et al.* Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 26, n. 3, p. 666-671, jul./set. 2006.

ZANDI, M. *et al.* Identification of cardamom encapsulated alginate–whey protein concentrates microcapsule release kinetics and mechanism during storage, stew process and oral consumption. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, p. 1-11. 2017.

ZHANG, C. *et al.* Utilization of Microcapsule Technology in Foods. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 15, p. 9330-9340. 2015.

ZHENG, Y. *et al.* Physicochemical and structural characteristics of the octenyl succinic ester of ginkgo starchy. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 94, p. 566-570. 2017.

YANISHLIEVA, N. V.; MARINOVA, E. M. Stabilisation of edible oils with natural antioxidants. **European Journal of Lipid Science and Technology**, v. 103, p. 752-767. 2001.

YU, R. H.; CAO, Y. X. A method to determine pharmacokinetic parameters based on andante constant-rate intravenous infusion. **Scientific Reports**, v. 7, p. 1-8. 2017. Disponível em: <<https://www.nature.com/articles/s41598-017-13437-6.pdf>>. Acesso em: 10 jan. 2018.

WEBER, F. H.; COLLARES-QUEIROZ, F. P.; CHANG, Y, K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 29, n. 4, p. 748-753, out./dez. 2009.

WHORTON, C. Factors influencing volatile release from encapsulation matrices. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A., (Eds.) **Encapsulation and Controlled Release of food Ingredients**. American Chemical Society, Washington, DC, 1995. p. 134-142.

ANEXO A**Especificação técnica do Óleo Essencial de Orégano**

Teste	Especificação	Resultados
Aspecto / Cor	Líquido Amarelo Pálido	OK
Odor	Característico	OK
Peso Específico 25°C	0,9350 a 0,9600	0,9374
Índice de Refração 20°C	1,5020 a 1,5120	1,5101
Rotação Óptica 25°C	-2.0000 a 3.0000	-0,24

Fonte: FARMACÊUTICA LASZLO, 13 de março de 2017.

ANEXO B

Certificado de Análise Cromatográfica do Óleo Essencial de Orégano



Universidade Federal de Minas Gerais
 Instituto de Ciências Exatas
 Departamento de Química / Colegiado de Extensão
 Telefax : (31) 3409-5724 – e-mail: núcleo@qui.ufmg.br

CERTIFICADO DE ANÁLISE QUÍMICA

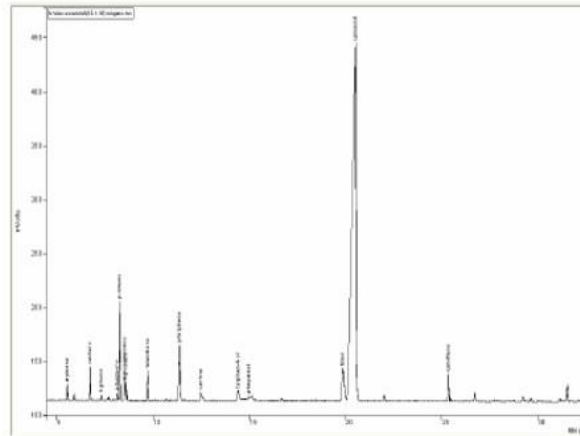
Solicitante: LASZLO AROMATERAPIA LTDA. CNPJ: 07.997.093/0001-10

ÓLEO ESSENCIAL DE ORÉGANO

Nome comercial: orégano
 Nomenclatura botânica: *origanum vulgare*
 Extração: destilação por arraste a vapor
 Método de cultivo: convencional
 Parte da planta: folhas
 Origem: Brasil

Composição Química:

Pico	Constituinte ID	%
1	α -pineno	0,5
2	canfeno	1,1
3	p-cimeno	4,0
4	limoneno	1,4
5	1,8-cineol	0,7
6	felandreno	1,2
7	γ -terpineno	3,2
8	canfora	0,7
9	terpinen-4-ol	0,8
10	α -terpineol	0,2
11	timol	4,3
12	carvacrol	76,5
13	cariofileno	1,5



Dra. Vany Ferraz
 Laboratório de Cromatografia
 Departamento de Química – UFMG
 vanyferraz@ufmg.br
 Belo Horizonte, 07/12/2010

Método de análise:
 Cromatografia Gasosa de Alta Resolução. Cromatógrafo a Gás HP 5890.
 Coluna: BP1 30m x 0,25mm (HP). Temp.: Coluna: 50°C (1min), 3°C/min, até 200°C. Injetor: 200°C
 Split: 1/50. Detector FID: 220°C. Volume de injeção: 1 μ l (conc 1,0 % em clorofórmio)

Obs: Picos menores que 0,1% foram excluídos

ANEXO C**Especificações Técnicas dos Materiais de Parede****Goma Arábica**

Ficha de Especificação do Produto Goma Arábica

Natureza	Sólido
Estado físico	Pedaços, grânulos ou em pó
Cor	Branco, amarelado, rosa
Odor	Característico
pH	4 - 5 (solução a 25%)
Ponto de Ebulição	Não disponível
Pressão de vapor	Não disponível
Densidade	1,2
Solubilidade	Solúvel em água

Fonte: METACHEM.

Amido Modificado – CAPSUL®

Ficha de Especificação do Produto Amido Modificado CAPSUL

Aspecto	Pó branco a amarelado
Sabor	Brando
Odor	Passa
Umidade (%)	0
pH	3 - 4,5
Aplicações	Encapsulação de agentes turvantes, Encapsulação de aromas, vitaminas e condimentos
Funcionalidade	Emulsão óleo e água estável, promove a formação de filme e reduz perda de ingredientes ativos voláteis

Fonte: INGREDION.

ANEXO D

Trabalhos Realizados Durante O Mestrado

Artigo Publicado

1. PEREIRA, K. C.; FERREIRA, D. C. M.; ALVARENGA, G. F.; PEREIRA, M. S. S.; BARCELOS, M. C. S.; COSTA, J. M. G. da. Microencapsulação e liberação controlada por difusão de ingredientes alimentícios produzidos através da secagem por atomização: Revisão. **Brazilian Journal of Food Technology**. 2018. No Prelo.

Artigo Submetido

1. PEREIRA, K. C.; BARCELOS, M. C. S.; ALVARENGA, G. F.; PEREIRA, M. S. S.; FERREIRA, D. C. M.; COSTA, J. M. G. da. Stability of oregano essential oil emulsion for the production of microparticles by spray drying. **Journal of Food Processing Engineering**. Submetido em 20 dez. 2017.

Trabalhos Apresentados Em Eventos Científicos

1. PEREIRA, K. C.; COSTA, J. M. G. da; SILVESTRE, A. P.; REIS, C. M.; CARDOSO, G. P.; COSTA, V. G. da. **Produção de microcápsulas de óleo essencial da Citronela pelo método de secagem por atomização**. Resumo apresentado sob a forma de pôster no III Congresso Nacional de Alimentos e Nutrição (CONAN) e VI Congresso Mineiro de Alimentação e Nutrição (COMAN) na Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto, Minas Gerais, 2017.

2. PEREIRA, K. C.; ALVARENGA, G. F.; BARCELOS, M. C. S.; PEREIRA, M. S. S.; FERREIRA, D. C. M.; COSTA, J. M. G. da; JUNIOR, A. D. de. C.; AMARAL, T. N. **Comparação de sólidos solúveis e totais da emulsão de óleo essencial de orégano produzidas por secagem por atomização**. Resumo apresentado sob a forma de pôster na V Semana da Integração de Ensino, Pesquisa e Extensão na Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina, Minas Gerais, 2017.

3. PEREIRA, K. C.; SOARES, L. V.; VIEIRA, K. H.; MELO, R. de; LUPKI, F. B.; PEREIRA, M. S. S.; COSTA, J. M. G. da; SOUZA, P. M. de. **Avaliação físico-química de leites fermentados comercializados na cidade de Diamantina, Minas Gerais**. Resumo apresentado sob a forma de pôster no II Simpósio de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Minas Gerais, Montes Claros, 2017.

4. SOARES, L. V.; PEREIRA, K. C.; VIEIRA, K. H.; LUPKI, F. B.; MELO, R. de; PEREIRA, M. S. S.; SOUZA, P. M. de. **Caracterização físico-química de licores de jenipapo artesanais da cidade de Diamantina**. Resumo apresentado sob a forma de pôster no II Simpósio de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Minas Gerais, Montes Claros, 2017.

5. MELO, R. de; VIEIRA, K. H.; SOARES, L. V.; PEREIRA, M. S. S.; PEREIRA, K. C.; LIMA, F. R.; OLIVEIRA, C. D.; SOUZA, P. M. de. **Composição centesimal das bananas prata e nanica nos estágios inicial e final de maturação**. Resumo apresentado sob a forma

de pôster no II Simpósio de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Minas Gerais, Montes Claros, 2017.

6. VIEIRA, K. H.; MELO, R. de; PEREIRA, M. S. S.; SOARES, L. V.; PEREIRA, K. C.; OLIVEIRA, C. D.; SILVA, K. de M.; SOUZA, P. M. de. **Efeitos do processamento ultravioleta de onda curta em propriedades específicas do suco de tomate.** Resumo apresentado sob a forma de pôster no II Simpósio de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Minas Gerais, Montes Claros, 2017.

7. MELO, R. de; VIEIRA, K. H.; SOARES, L. V.; PEREIRA, M. S. S.; PEREIRA, K. C.; LIMA, F. R.; OLIVEIRA, C. D.; SOUZA, P. M. de. **Determinação da composição centesimal de diferentes tipos de pitaya.** Resumo apresentado sob a forma de pôster no II Simpósio de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Minas Gerais, Montes Claros, 2017.

8. LOPES, L.; PEREIRA, K. C.; COSTA, J. M. G. da. **Evaluation of conservation methods of pequi oil microparticles produced by lyophilization.** Resumo apresentado sob a forma de pôster no XII Simpósio Latino Americano de Ciência de Alimentos na Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2017.