



Estabilização do óleo de café verde (*Coffea arabica*) por microencapsulamento em spray dryer

Rodrigo Mendonça Velloso da Silva

Monografia em Engenharia de Alimentos

Orientadores (as):

Claudia Moraes de Rezende, D.Sc.

Suely Pereira Freitas, D.Sc.

Janeiro de 2022

ESTABILIZAÇÃO DO ÓLEO DE CAFÉ VERDE (*Coffea arabica*) POR MICROENCAPSULAMENTO EM SPRAY DRYER

Rodrigo Mendonça Velloso da Silva

Monografia em Engenharia de Alimentos submetida ao Corpo Docente da Escola de Química, como parte dos requisitos necessários à obtenção de grau de Engenheiro de alimentos.

Aprovado por:

Thais Matsue Uekane, D.Sc.

Ricardo Schmitz Ongaratto, D.Sc.

Ana Lúcia do Amaral Vendramini, D.Sc.

Orientado por:

Prof.^a Suely Pereira Freitas, D.Sc.

Prof.^a Cláudia Moraes de Rezende, D.Sc.

Rio de Janeiro, RJ - Brasil

Janeiro de 2022

CIP - Catalogação na Publicação

S586e da Silva, Rodrigo Mendonça Velloso
Estabilização do óleo de café verde (Coffea arabica) por microencapsulamento em spray dryer. / Rodrigo Mendonça Velloso da Silva. -- Rio de Janeiro, 2022.
41 f.

Orientador: Suely Pereira Freitas.
Coorientador: Claudia Moraes De Rezende.
Trabalho de conclusão de curso (graduação) - Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, Bacharel em Engenharia de Alimentos, 2022.

1. Óleo. 2. Café. 3. Prensagem. 4. Spray dryer. 5. microencapsulamento. I. Freitas, Suely Pereira, orient. II. De Rezende, Claudia Moraes, coorient. III. Título.

Elaborado pelo Sistema de Geração Automática da UFRJ com os dados fornecidos pelo(a) autor(a), sob a responsabilidade de Miguel Romeu Amorim Neto - CRB-7/6283.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a minha família pelo apoio e incentivo, que me permitiram seguir o caminho que escolhi sem maiores dificuldades.

Às professoras e orientadoras Claudia Moraes de Rezende e Suely Pereira Freitas, pelos ensinamentos, apoio, confiança e incentivos que me permitiram abrir novos horizontes e conhecer diversas áreas do conhecimento.

Aos amigos e colegas do Laboratório de Análises de Aromas, pelas risadas na salinha do café, pela ajuda com os experimentos e pelas diversas situações e experiências que vivemos juntos.

Aos amigos e colegas do Laboratório de Processamento de Matérias Primas Vegetais, pela ajuda com as análises e com a prensagem, pelos ótimos momentos ao longo do período letivo e por todos os conhecimentos compartilhados.

À todos aqueles que de alguma forma contribuíram para o sucesso desse trabalho e me ajudaram a concluí-lo.

Resumo da Monografia apresentada à Escola de Química como parte dos requisitos necessários à obtenção do grau de Bacharel em Engenharia de Alimentos.

ESTABILIZAÇÃO DO ÓLEO DE CAFÉ VERDE (*Coffea arabica*) POR MICROENCAPSULAMENTO EM SPRAY DRYER

Rodrigo Mendonça Velloso Da Silva

Janeiro, 2022

Orientadores: Prof. Suely Pereira Freitas, DSc.

Prof. Cláudia Moraes de Rezende, DSc.

O Brasil vem investindo cada vez mais no agronegócio do café, e a cada ano que passa aumenta sua parcela na produção mundial desta commodity. Devido às suas características físicas e químicas de interesse comercial, o óleo de café vem sendo alvo de inúmeros estudos nos últimos anos. Este trabalho teve como principais objetivos a extração por prensagem do óleo de café verde e a determinação da estabilidade oxidativa das micropartículas obtidas em diferentes condições de secagem. A extração do óleo a partir dos grãos verdes e moídos de café arábica foi realizada em extrator Soxhlet e por esmagamento em prensa contínua do tipo rosca sem fim. O microencapsulamento foi realizado em secador do spray dryer Labplant e a emulsão foi preparada em homogeneizador a 500 W, com 45 g de amido modificado, 45 g de maltodextrina, 22,50 g de óleo de café verde e 187,50 g de água (30% de sólidos totais e proporção entre material de parede e óleo de 4:1). Os efeitos das variáveis independentes - temperatura do ar, vazão de ar, vazão de alimentação e tamanho do bico aspersor – na estabilidade oxidativa do produto foram investigados conforme planejamento experimental fatorial completo com três pontos centrais. Os tempos de indução variaram de 6,94 h a 11,41 h sendo estes, em todas as condições estudadas, superiores a 4,96 h, valor obtido para o óleo de café arábica verde bruto. O maior tempo de indução, principal variável de resposta, foi obtido a 150 °C e vazão de ar de 25 kg·h⁻¹. Considerando a presença dos diversos compostos de interesse e atividade biológica no óleo de café verde, a secagem por atomização, como técnica para microencapsulamento do mesmo, favoreceu de forma significativa a estabilidade oxidativa do produto.

Palavras-chave: Café, prensagem, spray-dryer, óleo, microencapsulamento

Abstract

Green coffee (*Coffea arabica*) oil stabilization by spray drying microencapsulation.

In the last few Years, Brazil has been increasing its share on global green coffee production market. Due to its physical and chemical characteristics of commercial interest, coffee oil has been the subject of numerous investigations in recent years. This work has as main objectives green coffee oil pressing extraction and the determination of oxidative stability from microparticles obtained under different drying conditions. The oil extraction from ground green Arabica coffee beans was carried out in a Soxhlet extractor and by crushing in a continuous screw-type press. Microencapsulation was performed in a LabPlant spray dryer and the emulsion was prepared at 500 W in a homogenizer, using 45 g of modified starch, 45 g of maltodextrin, 22.50 g green coffee oil and 187.50 g of water (30% total solids and wall material to oil ratio of 4:1). The effects of independent variables - air temperature, air flow, feed flow and spray nozzle size - on the oxidative stability of the product were investigated. The induction times ranged from 6.94 to 11.41 h, which, in all assays, were greater than 4.96 h, value obtained from crude green Arabica coffee oil. The longest induction time, the main response variable, was obtained at 150 °C and air flow of 25 kg·h⁻¹. Regarding the presence of various compounds with biological activity in green coffee oil, spray drying shows itself as an appropriate technique for microencapsulation and a good option for increase the oxidative stabilization of product.

Key-words: Coffee, pressing, spray-dryer, oil, microencapsulation

SUMÁRIO

1. Introdução	11
2. Objetivos	12
2.1. Objetivo Geral	12
2.2. Objetivos Específicos	12
3. Revisão Bibliográfica.....	13
3.1. Lipídios.....	13
3.2. Óleos vegetais	13
3.3. Fração lípidica do café e óleo de café verde.....	14
3.4. Processos de Extração	17
3.5. Secagem e microencapsulamento por spray-dryer.....	18
3.6. Estabilidade oxidativa.....	23
4. Materiais e Métodos	24
4.1. Matéria-prima	24
4.2. Prensagem.....	24
4.3. Microencapsulamento	24
4.4. Planejamento experimental.....	24
4.5. Caracterização dos grãos e do óleos.....	25
4.5.1. Umidade total.....	25
4.5.2. Teor de Lipídeos.....	26
4.5.3. Composição em ácidos graxos.....	26
4.5.4. Estabilidade Oxidativa	27
4.5.5. Análises Estatísticas.....	27
5. Resultados e Discussões	28
5.1. Caracterização do grão e do óleo	28
5.1.1. Umidade do grão	28
5.1.2. Teor de lipídios	28

5.1.3. Composição em ácidos graxos do óleo	28
5.2. Estabilidade oxidativa e rendimento do processo	29
6. Conclusões	38
7. Sugestões para futuras pesquisas	38
8. Referências Bibliográficas.....	40

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Produção mundial de café verde em 2020.....	14
Figura 2 - Resultados obtidos sobre a composição percentual de ácidos graxos presentes nos grãos utilizados neste estudo.....	29
Figura 3 - Rendimento de micro encapsulado das diferentes condições de secagem.	31
Figura 4 - Diagrama de pareto sobre o rendimento de micro encapsulado.....	32
Figura 5 - Superfície de resposta mostrando a modificação no rendimento percentual de micro encapsulado em função do tamanho do bico aspersor e vazão de alimentação.	33
<i>Figura 6 - Resposta obtida em Rancimat para o microencapsulado do óleo de café verde na condição 8.</i>	<i>34</i>
Figura 7 - Tempos de indução obtidos para os microencapsulados das diferentes condições de secagem.....	35
Figura 8 - Diagrama de Pareto sobre o tempo de indução obtido na estabilidade oxidativa e condições de secagem.....	36
Figura 9 - Superfície de resposta mostrando a modificação no tempo de indução dos microencapsulados em função do tamanho do bico aspersor e da vazão de ar.	37

ÍNDICE DE TABELAS

<i>Tabela 1 - Composição do óleo de café verde arábica</i>	16
Tabela 2 – Perfil de ácidos graxos em óleos de café verde arábica e robusta.....	17
Tabela 3 – Matriz do planejamento fatorial completo.	25
Tabela 4 - Resultados obtidos para rendimento e tempo de indução dos experimentos realizados.....	30

1. INTRODUÇÃO

O Brasil vem investindo cada vez mais no agronegócio do café, e a cada ano que passa aumenta sua parcela na produção mundial deste. Em 2017, o país era responsável por 32% da produção mundial e em 2020 passou a ser responsável por 38%, além de hoje ser considerado um dos maiores consumidores e exportadores mundiais (ABIC, 2021) (ICO,2021).

O café é conhecido pela presença da cafeína, que possui conhecida atividade estimulante sobre o sistema nervoso central. Algumas outras substâncias químicas presentes no grão de café são os ácidos clorogênicos, muito relacionados com a qualidade da bebida, e os diterpenos, compostos que possuem atividade hipercolesterolêmica e promovem proteção contra raios UV quando aplicados topicamente (KURZROCK; SPEER, 2001; SAVIAN et al., 2011).

Após o processamento de pós-colheita, os grãos de café são separados do resto do fruto, sendo a semente obtida chamada de grão de café verde, denominação que indica que a torra dos grãos ainda não ocorreu. Comercialmente são utilizadas duas variedades de café, a *Coffea arabica* L. e *Coffea canephora* L., sendo a primeira reconhecida como um produto de maior valor agregado, possuindo maior teor lipídico e menos ácidos clorogênicos e cafeína, o que resulta em uma bebida de maior qualidade sensorial (SPEER; KÖLLING-SPEER, 2006).

Os grãos de café arábica possuem cerca de 15% de teor típico, fração que é composta principalmente pelos triacilgliceróis e outros compostos minoritários, como tocoferóis, diterpenos, esteróis entre outros. A prensagem é um método de extração simples, puramente físico e bem conhecido para extração de óleos, geralmente empregado quando se quer obter um produto com atividades biológicas desejáveis (MATTHÄUS, 2012; PIGHINELLI, 2010). Este método se insere no contexto de sustentabilidade pois, além do baixo consumo de energia, dispensa o uso de solventes e reduz o número de etapas de processamento garantindo a obtenção de produtos mais seguros e de maior qualidade.

A secagem por atomização, ou *spray-drying*, é um processo muito difundido na indústria de alimentos devido a facilidade de operação, escalonamento industrial e operação contínua (MADENE et al., 2006; WU et al., 2014).

O encapsulamento protege, dos fatores ambientais, os constituintes bioativos do óleo (núcleo). Entre estes destacam-se os ácidos graxos essenciais, vitaminas e compostos de aroma e sabor. Além destes, a liberação do material do núcleo pode ser gerenciada o que amplia sua aplicação em produtos com alegação de funcionalidade.

Frente a presença dos diversos compostos de interesse e atividade biológica presentes no óleo de café verde, faz necessário o estudo das técnicas de obtenção e estabilização dos mesmos, sendo a secagem por atomização extremamente promissora nesse intuito.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

Determinar os efeitos dos parâmetros do processo de microencapsulamento na estabilidade oxidativa das micropartículas obtidas a partir do óleo de café arábica verde prensado a frio.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Selecionar os parâmetros de microencapsulamento por meio de um planejamento fatorial completo;
- Avaliar a estabilidade oxidativa dos microencapsulados.
- Avaliar o rendimento nas condições selecionadas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. LIPÍDIOS

Lipídios consistem em um conjunto de substâncias químicas que são caracterizadas pela sua alta solubilidade em solventes orgânicos, e baixa, ou nenhuma, solubilidade em água. Por isso, o termo lipídios engloba uma vasta gama de substâncias químicas. Além dos triacilgliceróis, também incluem monoacilgliceróis, diacilgliceróis, fosfolipídios, cerebrosídeos, esteróis, terpenos, ácidos graxos e outras substâncias (COULTATE, 2016).

Os triacilgliceróis, ou triglicerídeos (TAGs) correspondem, em geral, a 98 a 99% dos lipídios de origem animal e vegetal, e são tradicionalmente chamados de gorduras e óleos. O restante 1 a 2%, referidos como componentes minoritários, incluem traços de mono e diacilgliceróis, ácidos graxos livres, fosfolipídios, cerídeos, constituintes insaponificáveis, clorofila e os produtos de alteração (COULTATE, 2016).

3.2. ÓLEOS VEGETAIS

Óleos vegetais têm usos em áreas diferenciadas, como matéria prima para matriz alimentícia, componente de formulações cosméticas, sabões e, a partir do século XX, como matéria-prima para obtenção de biocombustíveis. Dependendo da origem, as propriedades dos óleos podem mudar drasticamente, alterando sua cor, aroma e propriedades sensoriais.

Segundo a RDC Nº 270 de 22 de setembro de 2005, “Óleos Vegetais e Gorduras Vegetais são os produtos constituídos principalmente de glicerídeos de ácidos graxos de espécie(s) vegetal(is). Podem conter pequenas quantidades de outros lipídeos como fosfolipídeos, constituintes insaponificáveis e ácidos graxos livres naturalmente presentes no óleo ou na gordura.” E “ se apresentam na forma líquida à temperatura de 25°C e as gorduras vegetais se apresentam na forma sólida ou pastosa à temperatura de 25°C.”. Os principais componentes dos óleos vegetais são os ácidos graxos que podem ocorrer de forma livre ou esterificados com glicerol, sendo chamado de acilgliceróis. Os acilgliceróis são a forma mais comumente encontrada dos ácidos graxos na natureza e podem existir como monoacilgliceróis, diacilgliceróis

e triacilgliceróis, sendo o último o mais comum nos óleos vegetais (DAMODARAN; PARKIN, 2018; O'BRIEN, 2008).

Alguns óleos de fontes vegetais alternativas, como tucumã, uva, e amêndoas, se destacam por suas atividades bioativas. Normalmente, compostos bioativos são metabolitos secundários que possuem atividade biológica como compostos fenólicos, fibras dietéticas, vitaminas e proteínas. Esses compostos vem sendo estudados por seus efeitos positivos no metabolismo como antioxidantes, imunomoduladores e redutores de glicose e colesterol no sangue, entre outros (ANGIOLILLO; DEL NOBILE; CONTE, 2015; FERRACANE et al., 2010).

3.3. FRAÇÃO LÍPIDICA DO CAFÉ E ÓLEO DE CAFÉ VERDE

O grão de café é a semente do fruto encontrado na planta arbustiva da família Rubiaceae e do gênero *Coffea* L. e o mesmo é referenciado como grão de café verde para indicar que o grão não foi submetido ao processo de torra. As duas espécies mais conhecidas e comercializadas são *Coffea arabica* L. e *Coffea canephora* L., comumente conhecidas como café arábica e café robusta (ou conilon), respectivamente. O café é largamente cultivado em países de clima tropical e exportado para outros países. Os maiores produtores mundiais são o Brasil e o Vietnã, como ilustrado na Figura 1.

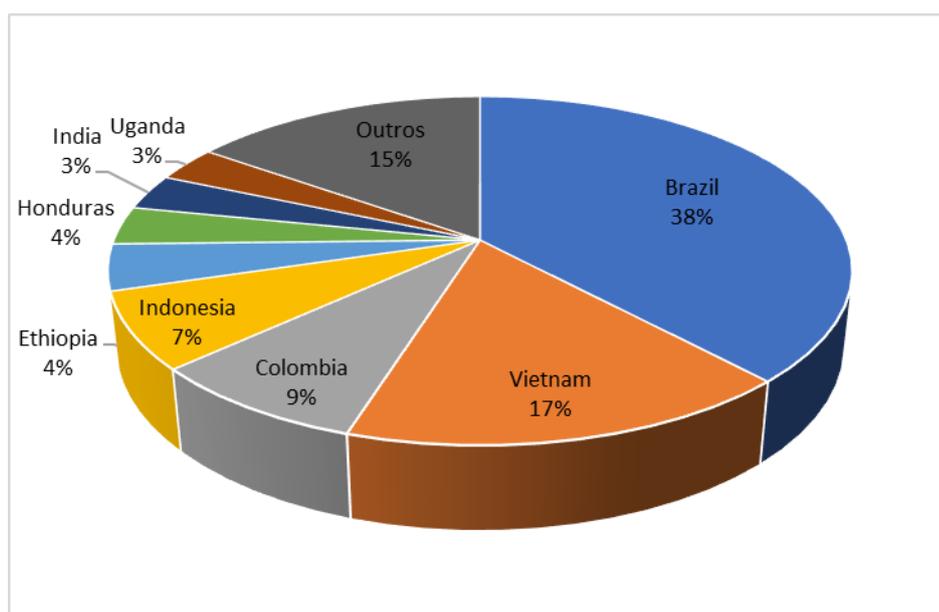


Figura 1 - Produção mundial de café verde em 2020

O óleo oriundo do café verde, por sua vez, possui inúmeras substâncias de interesse para vários setores produtivos como diterpenos, ácidos graxos insaturados, amidas de serotonina, tocoferóis, cafeína, ácidos clorogênicos, e etc. Alguns estudos apontam benefícios relacionados à proteção de raios solares associados a incorporação de óleo de café verde em protetores solares, devido aos diterpenos (SAVIAN et al., 2011), outros apontam a cafeína como vaso constritora e benéfica para proteção da pele (LI et al., 2018). Houve ainda estudos mostrando potencial atividade anti-inflamatória de diterpenos (SHEN et al., 2015) e alguns estudos também correlacionam a presença das amidas de serotonina com o desenvolvimento de irritação estomacal (LANG et al., 2010; RUBACH et al., 2010; TINOCO et al., 2019).

A fração lipídica presente em cafés arábica permanece em torno de 15% enquanto em cafés robusta o teor costuma ser menor, em torno de 10 % ou menos (SPEER; KÖLLING-SPEER, 2006).

Como esperado, o componente de maior destaque no óleo de café verde são os triacilgliceróis, que representam cerca de 75,2 % da composição do óleo. Uma particularidade do óleo de café verde em relação aos outros óleos é a sua elevada quantidade de diterpenos esterificados, que representam até 18,5 % da composição do óleo. Além destes, os óleos vegetais são compostos por outras substâncias minoritárias como diterpenos livres, esteróis livres ou esterificados, tocoferóis, fosfatídeos e derivados de triptamina (Tabela 1) (SPEER; KÖLLING-SPEER, 2006; TSUKUI; OIGMAN; REZENDE, 2014a).

Os grãos de café arábica possuem maiores teores de cafestol e caveol em sua fração lipídica, enquanto os grãos de café robusta possuem teores mínimos ou inexistentes de caveol, além de possuir um terceiro diterpeno, o 16-metoxicafestol. O teor de cafestol normalmente está entre 2,7-6,7 g/kg em cafés arábica e entre 1,5-3,7 g/kg em cafés robusta enquanto o de caveol (5) está entre 1,1-3,5 g/kg em cafés arábica e em concentração inferior a 0,1 g/kg em robusta. Na forma não esterificada (livre), os diterpenos estão presentes nos grãos de café cru em concentrações inferiores a 0,2 g/kg de grão (TSUKUI; OIGMAN; REZENDE, 2014b).

Tabela 1 - Composição do óleo de café verde arábica

Óleo de café verde (<i>Coffea arabica</i>)	
Componente	Teor (g/100 g)
Triacilgliceróis	75,2
Ésteres de diterpenos e ácidos graxos	18,5
Diterpenos	0,4
Ésteres de esteróis e ácidos graxos	3,2
Esteróis	2,2
Tocoferóis	0,04 - 0,06
Fosfatídeos	0,1 - 0,5
Derivados de triptamina	0,6 - 1,0

Adaptado de: Speer e Kölling-speer, 2006

Exceto para os ácidos graxos com 18 carbonos (C 18:1, C:18:2 e C18:3) não foi reportado na literatura mudanças significativas no teor de ácidos graxos dos óleos de café verde associado à espécie da qual o óleo se originou (Tabela 2) (SPEER; KÖLLING-SPEER, 2006). Como esperado, o óleo de café verde tem um perfil rico em ácidos graxos insaturados, sendo estes responsáveis por cerca de 55% do teor total.

Tabela 2 – Perfil de ácidos graxos em óleos de café verde arábica e robusta.

Ácido graxo	Nomenclatura	Arábica (%)	Robusta (%)
C 14:0	Ácido mirístico	Traços	Traços
C 15:0	Ácido pentadecanoico	Traços	Traços
C 16:0	Ácido palmítico	27,2 - 32,1	26,6 - 27,8
C 16:1	Ácido palmitoleico	Traços	Traços
C 17:0	Ácido margárico	Traços	Traços
C 18:0	Ácido esteárico	5,8 - 7,2	5,6 - 6,3
C 18:1	Ácido oleico	9,7 - 14,2	6,7 - 8,2
C 18:2	Ácido linoleico	43,9 - 49,3	52,2 - 54,3
C 18:3	Ácido α -linolênico	0,9 - 1,4	2,2 - 2,6
C 19:0	Ácido nonadecanoico	Traços	Traços
C 20:0	Ácido araquídico	2,7 - 4,3	2,6 - 2,8
C 20:1	Ácido gondoico	0,2 - 0,3	Traços - 0,3
C 21:0	Ácido heneicosanoico	Traços	Traços
C 22:0	Ácido beênico	0,3 - 0,8	0,5 - 0,6
C 23:0	Ácido tricosanoico	Traços	Traços
C 24:0	Ácido lignocérico	0,3 - 0,4	0,2 - 0,4

3.4. PROCESSOS DE EXTRAÇÃO

Os processos de extração sólido-líquido para obtenção de óleos vegetais são responsáveis pelo uso abundante de energia, tanto na etapa de extração quanto de separação. Além disso, estes processos causam severos impactos ambientais promovidos pelo uso de solventes fósseis (hexano, em geral). Pela alta volatilidade e inflamabilidade dos solventes fósseis, as plantas industriais de extração por solvente exigem um sistema de segurança robusto que somente grandes usinas têm possibilidade de implementar.

Os processos de natureza puramente física, como a prensagem, são os mais recomendados pois geram um produto de melhor qualidade e requerem um baixo investimento inicial. Além da viabilidade de implementação próximos às zonas de produção das matérias-primas, é um processo que consome pouca energia, uma vez que o óleo obtido não requer diversas etapas de refino, intensivas em energia.

A prensagem pode ser um processo contínuo ou em batelada, sendo o contínuo realizado em prensas do tipo parafuso sem fim, denominadas de *expeller*, onde o material oleoso é forçado contra a parede do equipamento favorecendo a saída do óleo por pressão. Já o processo em batelada é conduzido em prensas hidráulicas, comumente usadas na obtenção de azeite de oliva virgem pois sua temperatura de operação se mantém abaixo dos 40 °C devido à ausência do constante atrito presente na prensagem contínua (MATTHÄUS, 2012).

A prensa de parafuso sem fim basicamente consiste em um motor que movimentava o parafuso dentro de uma peça em forma de cilindro oco, conduzindo o material alimentado à ponta do equipamento, onde um orifício limita a saída de material promovendo assim o esmagamento do material contra as paredes do equipamento. Tais paredes possuem pequenos orifícios na direção radial do cilindro, a fim de promover uma saída do material líquido extraído.

Certos estudos avaliaram a prensagem de amendoim picado com umidade inicial de 12% e observaram que a umidade da torta após a prensagem era de 16%, indicando que a água presente no material inicial foi retida na mesma (MPAGALILE; HANNA; WEBER, 2006). A seleção dos parâmetros operacionais de prensagem pode ser realizada avaliando-se o efeito de diferentes condições de processo. Fatores como diâmetro de saída da prensa, umidade inicial e tamanho de partícula da matéria-prima são variáveis relevantes no ajuste de rendimento final. O aquecimento é comumente usado quando se pretende o aumento de rendimento de prensagem. Não apenas o rendimento e a capacidade de extração são potencializados com o aumento da temperatura como existe o benefício de eliminar constituintes termolábeis não desejados. Tais efeitos do aquecimento são explicados pela coagulação de proteínas, diminuição da viscosidade do óleo e quebra das estruturas celulares presentes na matéria-prima (PIGHINELLI, 2010).

3.5. SECAGEM E MICROENCAPSULAMENTO POR SPRAY-DRYER

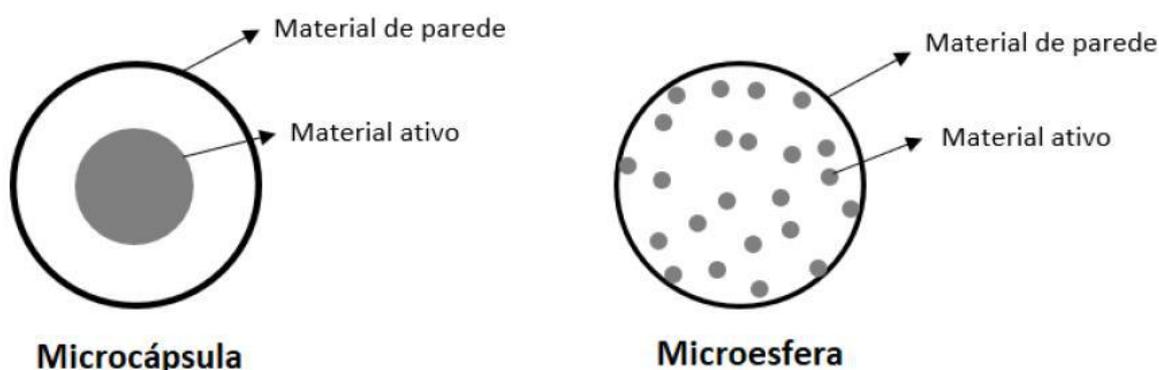
O microencapsulamento consiste na deposição de um determinado composto protetor sobre outros componentes que possuem ação bioativa, a fim de estabilizar ou prolongar suas propriedades. Do ponto de vista físico, o encapsulamento pode ser definido como um processo de aprisionamento de uma substância (denominada o

material do núcleo ou agente ativo) no interior de outra substância (o revestimento ou material de parede).

O microencapsulamento apresenta diversas vantagens como redução da interação do material do núcleo com o ambiente de modo a retardar reações que possam alterar a cor, aroma e/ou valor nutricional, prolongando a vida útil; mascarar sabor e/ou odor indesejável; promover liberação controlada do núcleo; redução das taxas de migração e/ou evaporação do material de núcleo para o meio externo; facilitar a manipulação do material de núcleo; promover melhor solubilidade do núcleo em formulações alimentícias e melhor incorporação em sistemas secos (DE AZEREDO, 2005; FAVARO-TRINDADE; PINHO, 2014).

O encapsulamento usando a técnica de secagem por spray foi bem estabelecido desde o final dos anos 1950, principalmente para revestimento de aromas e corantes. Tal técnica promove a formação das chamadas microcápsulas, partículas que possuem diversas aplicações cosméticas, farmacêuticas e alimentícias (FAVARO-TRINDADE; PINHO, 2014; KRISHNAN; KSHIRSAGAR; SINGHAL, 2005; MADENE et al., 2006; NEDOVIC et al., 2011). Na indústria alimentícia foi inicialmente aplicada na produção de sólidos solúveis em particular para obtenção em grande escala de café solúvel e leite em pó.

De acordo com seu tamanho, o material micro encapsulado pode ser classificado como macro partículas ($\geq 5.000 \mu\text{m}$), micropartículas ($0,2$ a $5.000 \mu\text{m}$) e nanopartículas ($\leq 0,2 \mu\text{m}$). Há ainda a distinção entre microcápsula, onde o material ativo é totalmente envolvido pelo material de parede, e a microesfera, onde o material ativo fica disperso no material de parede ou em sua superfície (DE AZEREDO, 2005; NESTERENKO et al., 2013; SUAVE et al., 2015).



Existem alguns métodos para encapsulamento, dentre eles estão a secagem por atomização, ou *spray-drying*, a liofilização, a extrusão e leite fluidizado. A indústria de alimentos utiliza amplamente a secagem por atomização, devido à facilidade de operação, simplicidade na formação de partículas, produção contínua e facilidade de escalonamento industrial. Além disso, possibilita a obtenção de novos ingredientes mais estáveis e tem se revelado como mais viável economicamente se comparado a outras técnicas convencionais (DE AZEREDO, 2005; FAVARO-TRINDADE; PINHO, 2014; MADENE et al., 2006; PEREIRA et al., 2018; SILVA et al., 2014; WU et al., 2014; ZHANG et al., 2015).

O microencapsulamento por atomização é a técnica na qual uma emulsão formada por materiais de parede e núcleo são aspergidos em uma câmara com fluxo de ar quente promovendo a evaporação instantânea da água presente na emulsão, resultando em um pó higroscópico altamente solúvel. Devido à alta razão área de superfície/volume das gotículas proporcionado pela aspersão, a secagem se torna possível sem que o material ativo atinja temperaturas elevadas, preservando sua atividade biológica (DE AZEREDO, 2005; ESTEVINHO et al., 2013). Apesar da energia consumida, a secagem por atomização mostrou ser mais eficiente do que a liofilização para o encapsulamento de óleos. Embora a temperatura do secador por *spray* seja alta, o produto é mantido na temperatura de bulbo úmido por um pequeno intervalo de tempo de exposição (poucos segundos). Em geral, a vaporização da água ocorre na faixa de 50 a 80 °C.

O microencapsulamento de óleos usando a técnica de atomização tem sido recomendada para melhorar as propriedades de manuseio dos produtos e aumentar a estabilidade à oxidação. O encapsulamento de óleos envolve vários parâmetros – com destaque para as vazões e temperaturas de entrada e saída, sólidos totais na alimentação e o tipo de materiais de parede - que são responsáveis pela microestrutura do pó e, portanto, da sua qualidade.

A escolha do material de parede é fundamental e possui impacto direto tanto na eficiência da microencapsulação quanto na estabilidade das micropartículas e capacidade de proteção do material de núcleo. Certas características são essenciais para um material de parede ideal, como possuir baixa higroscopicidade, não possuir

valor comercial elevado, ser estável, biodegradável, não tóxico, não reagir com o material de núcleo, ser solúvel nos solventes de interesse e formar barreira ao redor do núcleo, a fim de liberar completamente o solvente ou outros materiais utilizados durante o processo de encapsulação. Além disso, é interessante que seja de grau alimentício para possíveis aplicações na área de alimentos e cosmética (ESTEVINHO et al., 2013; NEDOVIC et al., 2011; NESTERENKO et al., 2013; POSHADRI; KUNA, 2010; SILVA et al., 2014).

O processo de escolha do material de parede ideal deve levar em consideração fatores como as propriedades físicas e químicas do núcleo (como porosidade e solubilidade) e do material de parede (como viscosidade, propriedades mecânicas e capacidade de formar filmes). Não é incomum que um único composto não consiga atender todas as propriedades necessárias, o que torna uma combinação de materiais de parede uma estratégia interessante para se obter melhores rendimentos e eficiência de microencapsulamento. Há uma grande variedade de materiais de parede que podem ser utilizados, como carboidratos (amido, amido modificado, maltodextrina, celulose), gomas (goma arábica, carragena, ágar), proteínas (caseína, albumina, whey protein), e lipídios (ceras). Dentre esses, os polímeros que possuem alta temperatura de transição vítrea e alto peso molecular são os mais utilizados, tais como a maltodextrina, goma arábica e o amido modificado (AVELLONE et al., 2018; DE AZEREDO, 2005; ESTEVINHO et al., 2013).

O amido é um polímero de glicose composto pela amilose (macromolécula de cadeia linear de glicose conectadas por ligação glicosídica α -O-1,4) e pela amilopectina (cadeias ramificadas de 20-40 moléculas de glicose ligada entre si por ligações glicosídicas α -O-1,4 e ligadas a cadeia principal por ligações glicosídicas α -O-1,6). Esse polímero é bastante abundante e apresenta baixo custo. Entretanto, a viscosidade das soluções de amido é geralmente muito alta para a maioria dos processos de secagem e, por não possuir grupos hidrofóbicos, o amido não exerce nenhum efeito estabilizador nas emulsões, exceto pelo aumento da viscosidade. Uma alternativa para superar as limitações do amido e aumentar sua aplicabilidade é a produção de amido modificado. A modificação do amido apresenta como vantagens a modificação das características de gelatinização e introdução do poder emulsificante (adição de grupamentos hidrofóbicos). Os amidos modificados são tradicionalmente utilizados como material de parede devido à estabilização da emulsão, baixa

viscosidade e excelente retenção de voláteis (acima de 93%). A grande desvantagem é baixa proteção contra a oxidação durante o armazenamento (AVELLONE et al., 2018; DE AZEREDO, 2005; NELSON; COX, 2004).

A maltodextrina é um polímero de moléculas de glicose conectadas entre si por ligação α - 1,4, esse produto é obtido pela hidrólise parcial do amido por via ácida ou enzimática e apresenta diferentes valores de dextrose equivalente (DE). O valor de DE indica o grau de hidrólise do amido e indica a média de peso molecular das maltodextrinas, conforme o grau de hidrólise do amido aumenta, a média do peso molecular diminui e o valor de DE aumenta. O amido hidrolisado apresenta como vantagens a baixa viscosidade em alta concentração de sólidos, cheiro e sabor neutros, boa proteção contra a oxidação, baixa higroscopicidade, alta solubilidade em água, baixo custo e boa retenção de substâncias voláteis (65-80%). A principal desvantagem da maltodextrina como material de parede consiste em sua baixa capacidade de emulsificação (AVELLONE et al., 2018).

A goma arábica (ou goma acácia) é um polissacarídeo complexo constituído por arranjo molecular de ligações de D-galactose com ramificações de L-ramnose, L-arabinose e ácido L-glicurônico, contem também cerca de 2% de um componente proteico ligado a esse arranjo molecular. Essa goma é uma exsudato dos ramos de árvores do gênero acácia, principalmente da *Acacia senegal* e da *A. seyal*, árvores geralmente encontradas na África. As vantagens da sua utilização como material de parede são a solubilidade em água, boas propriedades emulsionantes, baixa viscosidade, sabor sutil, alta estabilidade oxidativa e boa capacidade de retenção de compostos voláteis. Entretanto, esse composto é exportado para diferentes aplicações industriais em diversos países o que resulta em altos custos e baixa disponibilidade (AVELLONE et al., 2018; CORNELSEN et al., 2015; DE AZEREDO, 2005; SUKHOTU et al., 2016).

A quantidade de sólidos totais se refere a soma das massas do material de parede e material de núcleo. Jafari et al. (2008) argumentam que o maior percentual de sólidos totais deve ser utilizado, porém outros trabalhos afirmam que, quando trabalhando com óleos, uma quantidade ideal deve ser ajustada pois a solubilidade e formação da emulsão são prejudicados em concentrações muito altas de material de parede. (MOHAMMED et al., 2020). Frascareli et al. (2012) estudaram o processo de

microencapsulamento para o óleo de café verde e otimizaram o percentual de sólidos totais em 30%. Carmona et al. (2018) estudaram o efeito da variação do percentual de material de parede (20-40%) no microencapsulamento do óleo de fibra de palma e obtiveram 35% como resultado otimizado.

3.6. ESTABILIDADE OXIDATIVA

As reações de oxidação dos lipídios têm diversas origens e é uma das maiores causas de deterioração desse nos alimentos. A principal é a ação direta do oxigênio atmosférico sobre as duplas ligações dos ácidos graxos insaturados, em temperatura ambiente, conhecida como autooxidação. Geralmente é um processo lento, e tem como consequência a formação de peróxidos e hidroperóxidos, que são os produtos primários sensorialmente inertes. Estes compostos, através de uma série de reações paralelas, produzem monômeros oxidados, dímeros e polímeros; e também os compostos voláteis (aldeídos, cetonas e alcoóis) que dão o odor rançoso ao alimento (produtos secundários).

Outro mecanismo é a ação enzimática da lipoxigenase ou da álcool-dehidrogenase. O peróxido pode também ser formado por esta via, pela reação de ácidos graxos poli-insaturados com o oxigênio catalisado pela enzima lipoxigenase presente nos vegetais. Os radicais livres intermediários formados durante a oxidação catalisada pela enzima podem oxidar compostos como carotenóides e polifenóis, levando à descoloração do produto (DEMAN, 2007).

O método Rancimat consiste na medição do tempo de indução que determinadas amostras lipídicas apresentam. O tempo de indução é obtido pela medida da condutância da água que recebe os voláteis gerados durante a análise, tais voláteis são produtos de degradação lipídica provenientes do aquecimento e fluxo de ar fornecidos a amostra.

A presença de ácidos graxos poli-insaturados no óleo é o principal fator que interfere no tempo de indução. Entretanto, outros fatores também podem afetar a estabilidade da amostra, como método de extração e presença de substâncias antioxidantes, tais como tocoferóis e ácidos orgânicos (fenólicos).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. MATÉRIA-PRIMA

Os grãos de café verde da variedade catuaí amarelo, oriundos de uma fazenda parceira situada na região serrana do Rio de Janeiro (São José do Vale do Rio Preto), safra 2018, foram classificados como bebida dura, e obtidos pelos processos de colheita por derriça e pós-colheita por via seca, com secagem em terreiro.

4.2. PRENSAGEM

A extração do óleo dos grãos verdes moídos, com tamanho de partícula entre 0,85 e 2,0 mm, foi realizada por esmagamento em prensa contínua do tipo rosca sem fim (*expeller*), marca IBG Monforts, modelo CA 59 O, com velocidade de rotação do parafuso de 18 rpm e diâmetro de saída da matriz da prensa de 5 mm. A amostra moída foi prensada dando origem a duas correntes, o óleo e a torta. Esta foi submetida a duas etapas subsequentes de prensagem para recuperação do óleo residual. O produto principal obtido, composto por óleo e borra, foi centrifugado a 4500 rpm por 4 horas e então o óleo sobrenadante foi vertido em recipiente âmbar e mantido a -30°C.

4.3. MICROENCAPSULAMENTO

O microencapsulamento foi realizado no *spray dryer* da marca LabPlant, modelo SD06. A emulsão foi preparada com forte agitação em homogeneizador Mondial 500W, misturando-se 45 g de amido modificado, 45 g de maltodextrina, 22,50 g de óleo de café verde e 187,50 g de água (30% de sólidos totais e proporção entre material de parede e óleo de 4:1). As variáveis de processo foram variadas conforme planejamento experimental descrito no item 4.4. O material micro encapsulado foi armazenado em recipiente plástico laminado e mantido a -30 °C até posterior análise.

4.4. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Para seleção das melhores condições operacionais, foi conduzido um planejamento experimental fatorial completo com três pontos centrais ($2^4 + 3$), gerando 19 experimentos, onde foram analisadas as seguintes variáveis independentes:

temperatura do ar, vazão de ar, vazão de alimentação e tamanho do bico aspersor, como mostrado na Tabela 3.

Tabela 3 – Matriz do planejamento fatorial completo.

	Temperatura do ar (°C)	Vazão do ar (kg/h)	Alimentação (rpm)	Bico Aspersor (mm)
1	150,00	15,00	5,00	0,50
2	200,00	15,00	5,00	0,50
3	150,00	25,00	5,00	0,50
4	200,00	25,00	5,00	0,50
5	150,00	15,00	15,00	0,50
6	200,00	15,00	15,00	0,50
7	150,00	25,00	15,00	0,50
8	200,00	25,00	15,00	0,50
9	150,00	15,00	5,00	1,00
10	200,00	15,00	5,00	1,00
11	150,00	25,00	5,00	1,00
12	200,00	25,00	5,00	1,00
13	150,00	15,00	15,00	1,00
14	200,00	15,00	15,00	1,00
15	150,00	25,00	15,00	1,00
16	200,00	25,00	15,00	1,00
17	175,00	20,00	10,00	0,75
18	175,00	20,00	10,00	0,75
19	175,00	20,00	10,00	0,75

A estabilidade oxidativa do produto microencapsulado (pó) foi selecionada como principal variável de resposta. As faixas selecionadas para as variáveis independentes, temperatura e vazão do ar, diâmetro do bico aspersor e vazão de alimentação, tiveram por base estudos já conduzidos pelo grupo de pesquisa no mesmo equipamento para obtenção do óleo de germe de arroz e do óleo de semente de romã usando-se o mesmo material de parede.

4.5. CARACTERIZAÇÃO DOS GRÃOS E DO ÓLEOS

4.5.1. Umidade total

Para a determinação da umidade dos grãos foi utilizado o método de secagem em estufa até peso constante, de acordo com o método AOCS Ca2c-25 (AOCS, 2003). Para tal, três béqueres foram previamente lavados e mantidos em dessecador

com sílica por 1 h e tiveram suas massas aferidas. Foram adicionados 2 g de grão de café verde moído aos béqueres (diâmetros de partícula entre 2 mm e 0,85 e menor que 0,85 mm), que então foram levados à estufa (105 ± 3 °C) durante 20 horas, quando foi observado peso constante.

4.5.2. Teor de Lipídeos

A metodologia utilizada foi o protocolo alemão Deutsch Gesellschaft für Lipid (DGF) (1952). Cerca de 25 g de café verde moído, com tamanho de partícula menor que 850 μm , foram adicionados a envelopes confeccionados com papel de filtro (Whatman, n° 1) e colocados em extrator soxhlet. A extração foi realizada em balão de fundo chato previamente tratado, limpo e desengordurado durante 4 h, utilizando 150 mL de éter de petróleo, a uma temperatura suficiente para que o solvente estivesse em ebulição (entre 40 – 50°C). Após a extração, feita em triplicata, o solvente foi evaporado em evaporador rotatório. O tempo total de extração foi contado a partir da primeira sifonagem, além disso a temperatura foi ajustada de forma que as triplicatas possuíssem um número total de sifonagens semelhante.

4.5.3. Composição em ácidos graxos

Seguindo a metodologia de HARTMAN; LAGO, (1973), adicionou-se 5 mL de solução metanólica de hidróxido de sódio (NaOH) 0,5 M a 0,5 g de óleo em balão de fundo redondo acoplado a um condensador de bolas. A reação foi conduzida em banho maria a 70°C por 5 minutos, seguida da adição de 15 mL de solução esterificante (2 g de cloreto de amônio (NH_4Cl) em 60 mL de metanol (CH_3OH) e 3 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4)) por 3 minutos, ainda em banho maria. Ao término, foram adicionados 50 mL de água e 25 mL de éter de petróleo e foi realizada a lavagem em funil de separação. A fração aquosa foi descartada e foram feitas mais duas lavagens com 25 mL de água, sendo a fração etérea final levada ao rotaevaporador para retirada do solvente, obtendo-se assim os ésteres metílicos de ácidos graxos (EMAGs).

A análise dos EMAGs foi realizada em cromatógrafo a gás (Agilent 6890N) equipado com detector de ionização em chama (CG-DIC) via injetor automático,

coluna capilar SupelcoWaxTM 10 (15 m x 0,1 mm x 0,1 µm). A temperatura do forno inicialmente foi de 160 °C por 2 minutos, rampa de 6 °C min⁻¹ até 240 °C por 7 minutos. As temperaturas do injetor e do detector foram de 230 e 260 °C, respectivamente. Para a análise foi preparado um vial com 20 mg do extrato, 60 µL de padrão interno (laurato de metila 1,5 mg/mL) e 940 µL de hexano. Um microlitro foi injetado em modo split de 1:20. O gás de arraste foi hidrogênio com fluxo de 0,3 mL min⁻¹. Os EMAGs foram identificados pela comparação entre os tempos de retenção de padrão de FAMES (*n*-C14-C22, Supelco, Bellefont, USA) e confirmados em cromatógrafo a gás (Agilent 6850 N) acoplado a espectrômetro de massas (Agilent 5975C), utilizando as mesmas condições de operação descritas acima.

4.5.4. Estabilidade Oxidativa

As análises de estabilidade oxidativa foram realizadas em equipamento Rancimat, marca Metrohm, modelo 743. Com base no método oficial da AOCS Cd 12b-92 (AOCS, 2003), os ensaios foram conduzidos a 110 °C e vazão de ar de 10 L/h. Nestes ensaios 3 g do microencapsulado foram pesados em duplicata em tubos de ensaio de vidro borossilicato próprios do equipamento. Esta análise se baseia na determinação da condutividade elétrica dos produtos voláteis de degradação. O período de indução é determinado pela tangente traçada no ponto de inflexão da curva, expresso em horas, o qual representa o tempo decorrido até o surgimento de produtos da oxidação secundária do óleo. Estes produtos são transferidos pelo fluxo de ar para a solução de medida (água destilada) e, ao serem absorvidos, elevam bruscamente a condutividade da água.

4.5.5. Análises Estatísticas

As análises foram feitas com o auxílio do programa STATISTICA 7 e Microsoft Excel®. Comparações foram feitas por meio da análise de variância (*two-way* ANOVA), seguida de teste de Fisher. Diferenças foram consideradas significativas quando $p \leq 0,05$.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. CARACTERIZAÇÃO DO GRÃO E DO ÓLEO

5.1.1. Umidade do grão

Os grãos de café verde apresentaram umidade de $9,50 \pm 0,02$ %. A umidade é uma variável que afeta o rendimento do processo de prensagem e estudos anteriores do grupo de pesquisa mostram que valores entre 9 e 13 % são recomendados. No processo de produção dos grãos de café, a umidade é geralmente ajustada para 11 %. Como a umidade ajustada no campo é próxima a umidade necessária para a prensagem, não se faz necessário o ajuste de umidade da amostra.

5.1.2. Teor de lipídios

O extrato etéreo obtido após a extração em aparelho Soxhlet apresentou $9,46 \pm 0,04$ %. De acordo com Speer & Kölling-Speer (2006) é comum que grãos de café arábica possuam em torno de 15% de teor lipídico total. Vale ressaltar que tais resultados estão fortemente atrelados às condições edafoclimáticas existentes durante o cultivo. Cornelio-Santiago et al. (2017) utilizaram grãos arábica e obtiveram $7,57 \pm 0,03$ % de teor lipídico.

5.1.3. Composição em ácidos graxos do óleo

Na Figura 2 estão apresentados os resultados obtidos para ésteres metílicos ácidos graxos do óleo de café verde obtido por prensagem. A análise realizada com o percentual relativo obtido entre os picos e a área total mostrou que os ácidos graxos majoritários são o palmítico e o linoleico, apresentando respectivamente, 33,5 e 44,6%. O óleo obtido possui um total de 54,5% de ácidos graxos insaturados e 45,5% de ácidos graxos saturados.

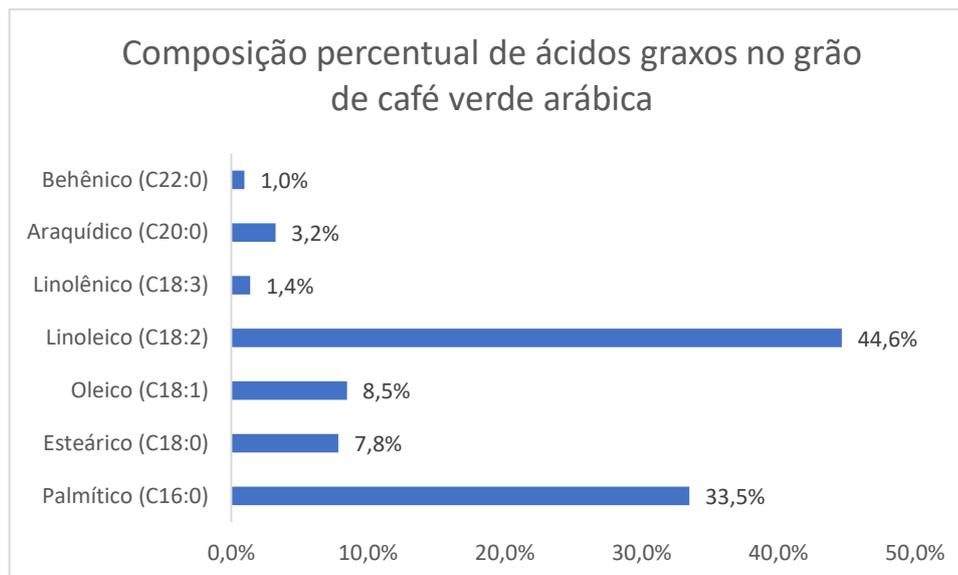


Figura 2 - Resultados obtidos sobre a composição percentual de ácidos graxos presentes nos grãos utilizados neste estudo.

O método pelo qual um óleo é obtido pode afetar a composição dos lipídeos presentes no mesmo. Cornelio-Santiago et al. (2017) encontraram 54,5 % de ácidos graxos insaturados na fração obtida por extração supercrítica com CO₂, valor similar ao encontrado aqui pela prensagem.

5.2. ESTABILIDADE OXIDATIVA E RENDIMENTO DO PROCESSO

Na Tabela 4 estão apresentados os resultados obtidos para rendimento e estabilidade oxidativa do pó obtido, a partir do planejamento experimental proposto, em função das variáveis de operação do processo de microencapsulamento. O rendimento foi calculado a partir da divisão da massa de micro encapsulado obtido pela soma da massa do material de parede com a massa de óleo. A maior estabilidade oxidativa corresponde ao maior tempo de indução.

O ensaio 2 (temperatura do ar a 200°C, vazão de ar de 15 kg/h, alimentação em 5 rpm e bico aspersor de 0,5 mm) foi o que proporcionou maior rendimento de microencapsulado. Isto ocorre visto que ao operar com a vazão mínima de ar e vazão mínima da emulsão, maximiza-se o tempo de residência média no interior da câmara de secagem, além de diminuir a carga mássica na câmara, favorecendo assim o processo de secagem. Em contrapartida, a condição de menor rendimento foi observado no ensaio 5 (temperatura do ar a 150°C, vazão de ar de 15 kg/h,

alimentação em 15 rpm e bico aspersor de 0,5 mm), onde claramente o uso da vazão de alimentação máxima aliado à temperatura mínima do ar de secagem resultou em grandes perdas de material na câmara, devido ao fornecimento de energia aquém da necessária para secar todo o material alimentado. Na Figura 3 é possível observar que nas demais condições o rendimento variou de forma significativa enquanto os resultados obtidos nos ensaios 17, 18 e 19, replicatas do ponto central, não exibiram variação significativa.

Tabela 4 - Resultados obtidos para rendimento e tempo de indução dos experimentos realizados.

	Temperatura do ar (°C)	Vazão do ar (kg/h)	Alimentação (rpm)	Bico Aspersor (mm)	Rendimento (%)	Tempo de Indução (h)
1	150,00	15,00	5,00	0,50	22,54	6,68
2	200,00	15,00	5,00	0,50	42,04	8,56
3	150,00	25,00	5,00	0,50	24,19	11,41
4	200,00	25,00	5,00	0,50	15,02	9,65
5	150,00	15,00	15,00	0,50	2,56	8,03
6	200,00	15,00	15,00	0,50	22,17	8,11
7	150,00	25,00	15,00	0,50	18,99	7,98
8	200,00	25,00	15,00	0,50	25,19	8,47
9	150,00	15,00	5,00	1,00	35,49	7,56
10	200,00	15,00	5,00	1,00	34,73	7,26
11	150,00	25,00	5,00	1,00	35,70	7,61
12	200,00	25,00	5,00	1,00	31,66	6,94
13	150,00	15,00	15,00	1,00	17,96	6,89
14	200,00	15,00	15,00	1,00	27,62	6,63
15	150,00	25,00	15,00	1,00	20,86	6,46
16	200,00	25,00	15,00	1,00	27,10	5,30
17	175,00	20,00	10,00	0,75	26,66	7,02
18	175,00	20,00	10,00	0,75	26,91	6,68
19	175,00	20,00	10,00	0,75	28,60	6,56

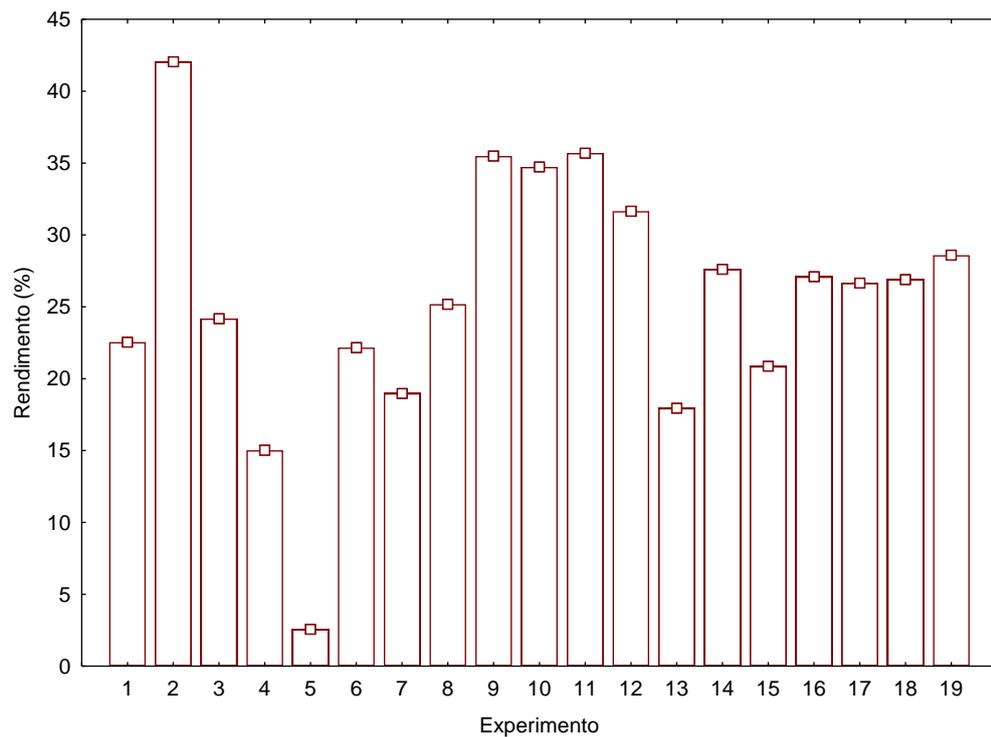


Figura 3 - Rendimento de micro encapsulado das diferentes condições de secagem.

O diagrama de Pareto, representado na Figura 4, indica que, na faixa de operação selecionada, apenas a velocidade de alimentação e o tamanho do bico aspersor promoveram efeitos significativos no rendimento do processo. Pode-se inferir que o aumento do diâmetro do bico aspersor promoveu uma melhor dispersão da emulsão o que favoreceu o processo de secagem aumentando a área superficial total, enquanto que o aumento na velocidade de alimentação resultou em um impacto negativo devido, principalmente, à maior saturação no interior da câmara de secagem. Como se pode constatar no diagrama de Pareto, nas faixas analisadas, a temperatura e vazão do ar não são variáveis significativas no rendimento do processo. Pode-se observar, adicionalmente, que, apesar da combinação dos pares temperatura do ar-vazão de ar e vazão de ar-vazão de alimentação serem significativos, não foi possível identificar uma curvatura que gerasse pontos de máximo e mínimo nas curvas da superfície de resposta, como é possível verificar na Figura 5.

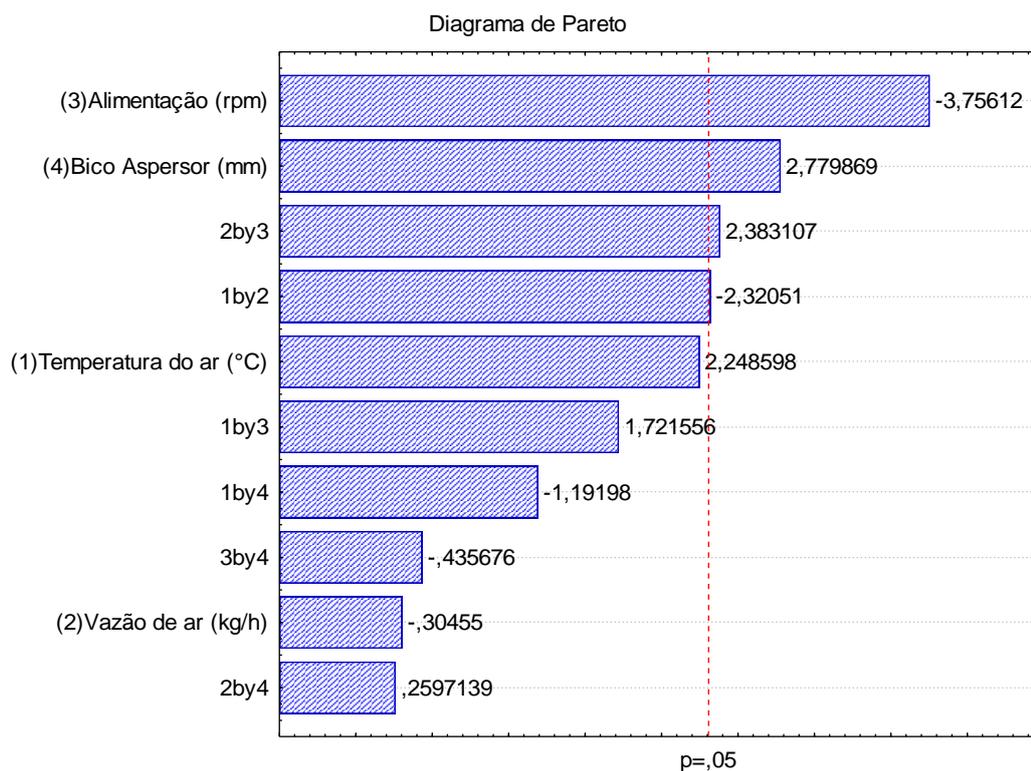


Figura 4 - Diagrama de pareto sobre o rendimento de micro encapsulado.

Na Figura 5 apresenta-se a superfície de resposta obtida em função do tamanho do bico aspersor e da vazão de alimentação. Observa-se, como discutido acima, que quanto menor a vazão de alimentação (5 rpm) e maior o tamanho do bico aspersor (1 mm), maior o rendimento do processo.

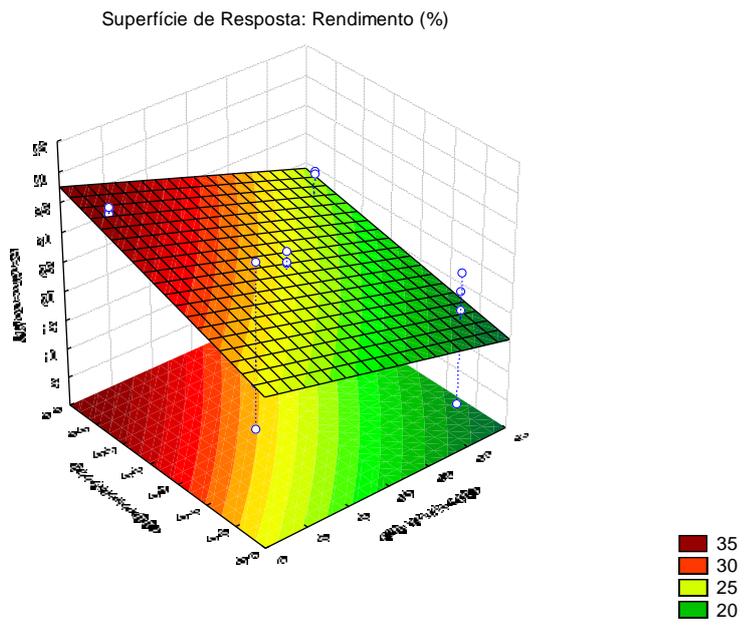


Figura 5 - Superfície de resposta mostrando a modificação no rendimento percentual de micro encapsulado em função do tamanho do bico aspersor e vazão de alimentação.

O tempo de indução é a resposta obtida quando o óleo é submetido a condições oxidativas (alta temperatura e presença de oxigênio). Observa-se no decorrer da análise um ponto no qual ocorre uma variação muito intensa na condutividade elétrica da água contendo compostos de degradação do óleo, indicando que a amostra está completamente oxidada. Altos tempos de indução indicam uma maior resistência à oxidação forçada e, como consequência, uma elevada estabilidade oxidativa. Na Figura 6 apresenta-se uma curva típica da análise conduzida em equipamento RANCIMAT, onde é possível observar claramente o momento em que o tempo de indução é identificado.

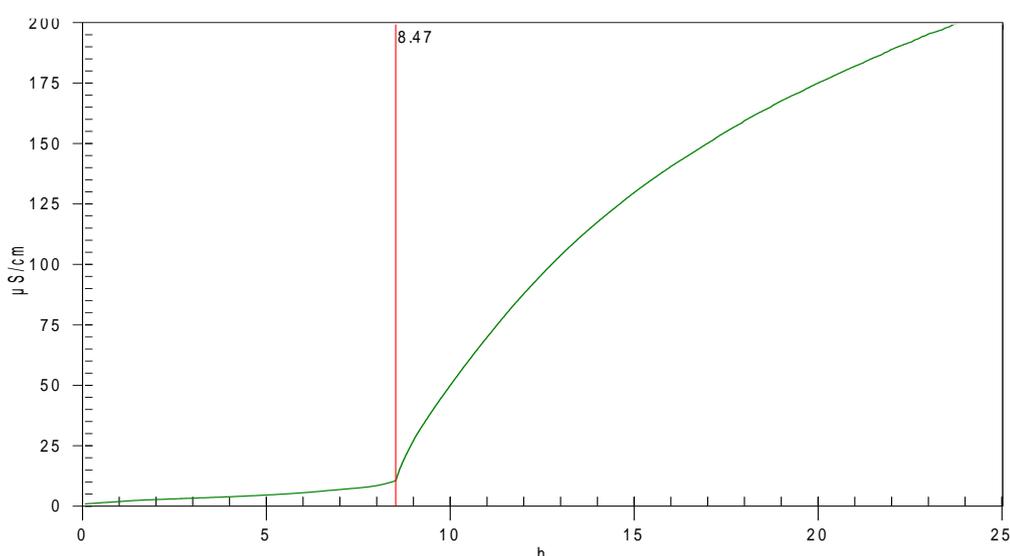


Figura 6 - Resposta obtida em Rancimat para o microencapsulado do óleo de café verde na condição 8.

Na Figura 7 pode-se observar que o maior valor do tempo de indução foi obtido no ensaio 3 (temperatura do ar a 150 °C, vazão de ar de 25 kg/h, alimentação em 5 rpm e bico aspersor de 0,5 mm). Por sua vez, o menor tempo de indução foi observado no ensaio 16 (temperatura do ar a 200 °C, vazão de ar de 25 kg/h, alimentação em 15 rpm e bico aspersor de 1,0 mm). Ao comparar as condições operacionais dos ensaios 3 e 16, pode-se inferir que o uso de um menor diâmetro do bico aspersor em temperatura mais branda favoreceram, como esperado, o processo de microencapsulamento do pó, protegendo de forma mais eficiente o material do núcleo.

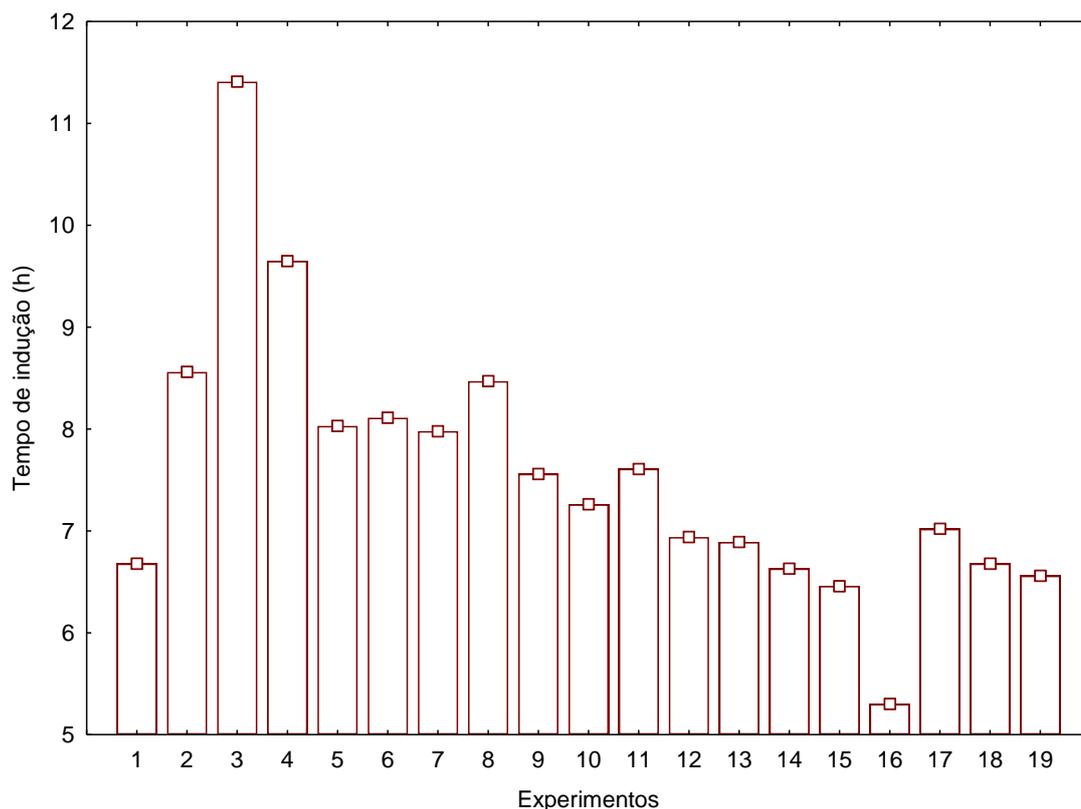


Figura 7 - Tempos de indução obtidos para os microencapsulados das diferentes condições de secagem.

No diagrama de Pareto, representado na Figura 8, observa-se que, nos intervalos selecionados para as variáveis independentes, o tamanho do bico aspersor e a combinação deste com a vazão do ar apresentaram efeito significativo no tempo de indução. Em se tratando do diâmetro do bico aspersor, observou-se um impacto inversamente proporcional, indicando que quanto menor o tamanho das micropartículas melhor é o revestimento do material ativo pelo material de parede, protegendo o núcleo de forma mais eficiente com consequente aumento na estabilidade oxidativa do pó.

É importante ressaltar que quanto menor o tamanho do bico aspersor, maior é o tempo de indução, porém menor é o rendimento do processo. Sendo assim, a condição operacional para obtenção do microencapsulado mais estável não correspondeu aquela que apresentou maior rendimento. Considerando-se que a estabilidade oxidativa é a principal variável de resposta e que o rendimento pode ser mais facilmente controlado pela redução na vazão de alimentação da emulsão é possível superar esta dificuldade quando se opera em escala industrial.

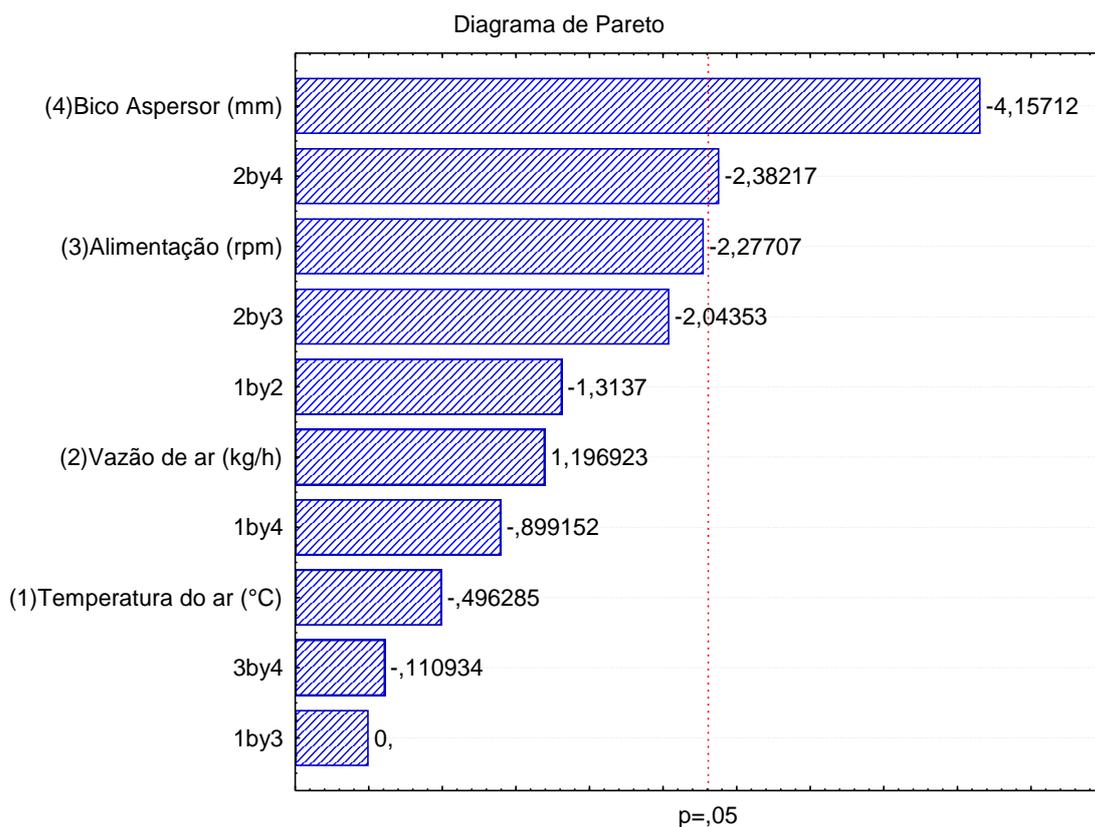


Figura 8 - Diagrama de Pareto sobre o tempo de indução obtido na estabilidade oxidativa e condições de secagem.

Na Figura 9 ilustra-se a superfície de resposta obtida para o tempo de indução em função do tamanho do bico aspersor e da vazão de ar. Confirma-se nesta curva que quanto menor a vazão de ar (20 kg/h) e menor o tamanho do bico aspersor (0,5 mm) maior o tempo de indução. Isto ocorre pois, quanto menor a vazão do ar maior é o tempo de residência na câmara de secagem proporcionando um maior tempo de contato do ar aquecido com a dispersão de micropartículas, que teve sua área superficial aumentada pelo uso do bico aspersor pequeno, o que proporcionou um melhor revestimento do material ativo.

Superfície de Resposta: Tempo de indução (h)

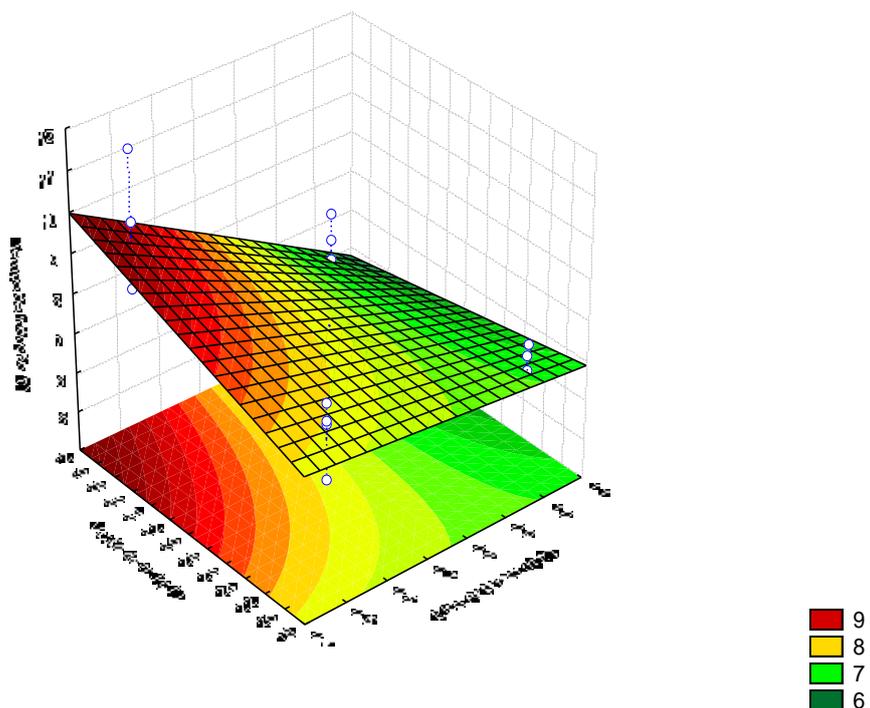


Figura 9 - Superfície de resposta mostrando a modificação no tempo de indução dos microencapsulados em função do tamanho do bico aspersor e da vazão de ar.

Utilizando as mesmas condições descritas no item 4.5.4, usando-se 3 g de óleo foi obtido um tempo de indução de 4,96 h para o óleo de café verde, mostrando que todas as condições do planejamento foram superiores ao material de partida. A condição com maior tempo de indução, 11,41 h, se mostrou 129 % melhor que o óleo puro.

6. CONCLUSÕES

No presente trabalho foi possível concluir que, nas faixas operacionais selecionadas para as variáveis independentes, apenas a vazão de alimentação e o tamanho do bico aspersor tiveram impacto significativo no rendimento do processo de secagem, e apenas o tamanho do bico aspersor apresentou impacto significativo na estabilidade oxidativa do óleo de café verde microencapsulado. Entretanto, o efeito do tamanho do bico aspersor foi inversamente proporcional para o tempo de indução e diretamente proporcional para o rendimento do processo.

Para se alcançar o principal objetivo do trabalho, a melhor condição de operação foi alcançada usando-se o bico aspersor com 0,5 mm de diâmetro, temperatura igual a 150 °C, vazão do ar igual a 25 kg/h e vazão de alimentação de 5 rpm resultando em um tempo de indução de 11,41 h e rendimento de 24,19%. Entretanto, nesta vazão ocorreu, provavelmente, uma saturação do vapor na câmara causando perdas de material retido nas paredes.

O maior tempo de indução obtido no planejamento, 11,41 h, representou um aumento de 129% na estabilidade do óleo bruto

7. SUGESTÕES PARA FUTURAS PESQUISAS

Para compatibilizar a qualidade do produto e o rendimento do processo, sugere-se realizar novos ensaios usando-se outros materiais de parede, mantendo-se o menor diâmetro do bico aspersor e reduzindo-se a vazão de alimentação da emulsão.

Além disso, deve-se avaliar em microscópio eletrônico de varredura (MEV) a estrutura das micropartículas de modo a permitir uma discussão mais confiável dos resultados obtidos neste trabalho.

Recomenda-se, adicionalmente, conduzir um estudo de vida de prateleira tendo como principal variável de resposta a estabilidade oxidativa do pó.

Finalmente, deve-se avaliar o consumo de energia por unidade de massa do produto em diferentes valores de temperatura e vazão do ar.

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIC - Associação Brasileira Da Indústria De Café. Disponível em: <<http://www.abic.com.br/>>. Acesso em: 15 nov. 2021.

ANGIOLILLO, L.; DEL NOBILE, M. A.; CONTE, A. **The extraction of bioactive compounds from food residues using microwaves** *Current Opinion in Food Science* Elsevier Ltd, , 2015. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cofs.2015.10.001>>

AOCS. **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists' Society. Method 965.33 Cd 8-53.** 4th ed ed. [s.l: s.n.].

AVELLONE, G. et al. Investigation on the influence of spray-drying technology on the quality of Sicilian Nero d'Avola wines. **Food Chemistry**, v. 240, n. July 2017, p. 222–230, 2018.

CARMONA, P. A. O. et al. Effect of Solids Content and Spray-Drying Operating Conditions on the Carotenoids Microencapsulation from Pressed Palm Fiber Oil Extracted with Supercritical CO₂. **Food and Bioprocess Technology**, v. 11, n. 9, p. 1703–1718, 2018.

CORNELIO-SANTIAGO, H. P. et al. Supercritical CO₂ extraction of oil from green coffee beans: Solubility, triacylglycerol composition, thermophysical properties and thermodynamic modelling. **Journal of Supercritical Fluids**, v. 128, n. March, p. 386–394, 2017.

CORNELSEN, P. A. et al. Native and structurally modified gum arabic : Exploring the effect of the gum ' s microstructure in obtaining electroactive nanoparticles. **Carbohydrate Polymers**, v. 119, p. 35–43, 2015.

COULTATE, T. **Food: The Chemistry of its Components: 6th Edition.** [s.l.] Royal Society of Chemistry, 2016.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L. **Química de Alimentos de Fennema.** [s.l.] Artmed Editora, 2018.

DE AZEREDO, H. M. C. Encapsulação: aplicação à tecnologia de alimentos. p. 89–97, 2005.

DEMAN, J. M. Chapter 2 - Chemical and Physical Properties of Fatty Acids. In: CHOW, C. K. (Ed.). . **Fatty Acids in Foods and their Health Implications**. 3rd. ed. Boca Raton: CRC Press, 2007. p. 17–46.

ESTEVINHO, B. N. et al. Microencapsulation with chitosan by spray drying for industry applications - A review. **Trends in Food Science and Technology**, v. 31, n. 2, p. 138–155, 2013.

FAVARO-TRINDADE, C.; PINHO, S. Revisão : Microencapsulação de ingredientes alimentícios. n. April, 2014.

FERRACANE, R. et al. Metabolic profile of the bioactive compounds of burdock (*Arctium lappa*) seeds , roots and leaves. **Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis**, v. 51, p. 399–404, 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, n. 3, p. 413–424, 2012.

HARTMAN, L.; LAGO, R. C. A. Rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. **Laboratory Practices**, v. 22, p. 475–476, 1973.

ICO - International Coffee Organization. Disponível em: <<https://www.ico.org/>>. Acesso em: 10 out. 2021.

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

KRISHNAN, S.; KSHIRSAGAR, A. C.; SINGHAL, R. S. The use of gum arabic and modified starch in the microencapsulation of a food flavoring agent. **Carbohydrate Polymers**, v. 62, n. 4, p. 309–315, 2005.

KURZROCK, T.; SPEER, K. Diterpenes and diterpene esters in coffee. **Food Reviews International**, v. 17, n. 4, p. 433–450, 2001.

LANG, R. et al. Quantitation of β N-alkanoyl-5-hydroxytryptamides in coffee by means of LC-MS/MS-SIDA and assessment of their gastric acid secretion potential using the HGT-1 cell assay. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 3, p. 1593–1602, 2010.

LI, Y. F. et al. Caffeine protects skin from oxidative stress-induced senescence through the activation of autophagy. **Theranostics**, v. 8, n. 20, p. 5713–5730, 2018.

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

MATTHÄUS, B. **Technological innovations in major world oil crops, volume 2**. [s.l: s.n.]. v. 2

MOHAMMED, N. K. et al. Spray Drying for the Encapsulation of Oils—A Review. **Molecules**, v. 25, n. 17, p. 1–16, 2020.

MPAGALILE, J. J.; HANNA, M. A.; WEBER, R. Design and testing of a solar photovoltaic operated multi-seeds oil press. **Renewable Energy**, v. 31, n. 12, p. 1855–1866, 2006.

NEDOVIC, V. et al. An overview of encapsulation technologies for food applications. **Procedia Food Science**, v. 1, p. 1806–1815, 2011.

NELSON, D. L.; COX, M. M. **Lehninger Principles of Biochemistry, Fourth Edition**. Fourth Edi ed. [s.l: s.n.].

NESTERENKO, A. et al. Vegetable proteins in microencapsulation: A review of recent interventions and their effectiveness. **Industrial Crops and Products**, v. 42, n. 1, p. 469–479, 2013.

O'BRIEN, R. D. **Fats and Oils: Formulating and Processing for Applications, Third Edition**. [s.l.] CRC Press, 2008.

PEREIRA, K. C. et al. Microencapsulação e liberação controlada por difusão de ingredientes alimentícios produzidos através da secagem por atomização: revisão. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 21, n. 0, 2018.

PIGHINELLI, A. **Estudo da extração mecanica e da transesterificação etilica de oleos vegetais**. [s.l.] UNICAMP, 2010.

POSHADRI, A.; KUNA, A. Microencapsulation technology: A review. **Journal of Research ANGRAU**, v. 38, n. 1, p. 86–102, 2010.

RUBACH, M. et al. Activity-guided fractionation to characterize a coffee beverage that effectively down-regulates mechanisms of gastric acid secretion as compared to

regular coffee. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n. 7, p. 4153–4161, 2010.

SAVIAN, A. L. et al. Development and preliminary stability evaluation of an O/W non-ionic emulsion containing green coffee oil as a potentiator of sun protection factor. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 91, n. 2, p. 82–88, 2011.

SHEN, C. P. et al. Cafestol-Type Diterpenoids from the Twigs of *Tricalysia fruticosa* with Potential Anti-inflammatory Activity. **Journal of Natural Products**, v. 78, n. 6, p. 1322–1329, 2015.

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

SPEER, K.; KÖLLING-SPEER, I. The lipid fraction of the coffee bean. **Brazilian Journal of Plant Physiology**, v. 18, n. 1, p. 201–216, 2006.

SUAVE, J. et al. Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Health and Environment Journal**, v. 7, n. 2, 2015.

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

TINOCO, N. A. B. et al. Reduction of β N-alkanoyl-5-hydroxytryptamides and diterpenes by yeast supplementation to green coffee during wet processing. **Food Research International**, v. 115, n. September, p. 487–492, 2019.

TSUKUI, A.; OIGMAN, S. S.; REZENDE, C. M. Oil green coffee beans: Diterpenes cafestol and kahweol. **Revista Virtual de Química**, v. 6, n. 1, p. 16–33, 2014a.

TSUKUI, A.; OIGMAN, S. S.; REZENDE, C. M. Óleo de grãos de café cru: Diterpenos cafestol e caveol. **Revista Virtual de Química**, v. 6, n. 1, p. 16–33, 2014b.

WU, Y. et al. Stability and encapsulation efficiency of sulforaphane microencapsulated by spray drying. **Carbohydrate Polymers**, v. 102, n. 1, p. 497–503, 2014.

ZHANG, C. et al. Utilization of microcapsule technology in foods. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 15, n. 12, p. 9330–9340, 2015.