

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO  
ESCOLA DE QUÍMICA

**Felipe Dresch Ribeiro de Almeida**



ESTABILIDADE OXIDATIVA DA OLEÍNA DE  
TUCUMÃ (*ASTROCARYUM VULGARE* MART.) APÓS  
MICROENCAPSULAMENTO POR *SPRAY DRYER*

RIO DE JANEIRO

2022

Felipe Dresch Ribeiro de Almeida

ESTABILIDADE OXIDATIVA DA OLEÍNA DE TUCUMÃ (*Astrocaryum vulgare* Mart.)  
APÓS MICROENCAPSULAMENTO POR *SPRAY DRYER*

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários à obtenção do grau Engenheiro Químico.

Orientador(es): Prof.<sup>a</sup> Suely Pereira Freitas, D. Sc.  
Meire Jéssica Azevedo Ferreira, M. Sc.

Rio de Janeiro

2022

### CIP - Catalogação na Publicação

A447e Almeida, Felipe Dresch Ribeiro de  
Estabilidade oxidativa da oleína de tucumã  
(*Astrocaryum vulgare* Mart.) após microencapsulamento  
por Spray Dryer / Felipe Dresch Ribeiro de Almeida.  
-- Rio de Janeiro, 2022.  
59 f.

Orientadora: Suely Pereira Freitas.  
Coorientadora: Meire Jéssica Azevedo Ferreira.  
Trabalho de conclusão de curso (graduação) -  
Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de  
Química, Bacharel em Engenharia Química, 2022.

1. Tucumã (*Astrocaryum vulgare* mart.) . 2.  
Estabilidade oxidativa. 3. Microencapsulamento. 4.  
Oleína. 5. Spray Drying. I. Freitas, Suely Pereira,  
orient. II. Ferreira, Meire Jéssica Azevedo,  
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.

Felipe Dresch Ribeiro de Almeida

ESTABILIDADE OXIDATIVA DA OLEÍNA DE TUCUMÃ (*Astrocaryum vulgare* Mart.)  
APÓS MICROENCAPSULAMENTO POR *SPRAY DRYER*

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à  
Escola de Química da Universidade Federal do  
Rio de Janeiro, como parte dos requisitos  
necessários à obtenção do grau de Engenheiro  
Químico.

Aprovado em 01 de dezembro de 2022.

---

Suely Pereira Freitas, D. Sc., Escola de Química/UFRJ

---

Meire Jéssica Azevedo Ferreira, M. Sc., Escola de Química/UFRJ

---

Raquel Massad Cavalcante, D.Sc., Escola de Química/UFRJ

---

Maria Fernanda dos Santos Mota, D.Sc., Instituto de Química/UFRJ

Rio de Janeiro  
2022

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente à minha mãe e meu pai, por sempre me darem o apoio e me mostrarem desde cedo a importância do estudo e da responsabilidade social.

À minha irmã, Joana, por sempre acreditar em mim e ser desde criança um exemplo que me faz ir sempre mais longe.

Aos meus avós, Helena, Lucila e Osmar, por ajudarem a formar quem sou hoje e darem sempre todo suporte que eu preciso.

Aos meus amigos, da faculdade ou da vida, que me dão forças diariamente. Tanto desabafando nossos problemas, quanto esquecendo totalmente eles e nos divertindo, ambas as coisas extremamente importantes para conseguir passar por todos esses anos de uma forma saudável.

Às minhas orientadoras, Suely e Meire, por terem me guiado nessa etapa final da minha formação, sempre de forma gentil e solícita, apesar de qualquer dificuldade que eu tivesse.

Aos meus parceiros da Ambev, por acreditarem em mim e me incentivarem a acabar esse trabalho, me dando flexibilidade para concluir essa missão.

## RESUMO

Almeida, Felipe Dresch Ribeiro de. **Estabilidade Oxidativa da Oleína de Tucumã (*Astrocaryum vulgare* Mart.) Após Microencapsulamento por *Spray Dryer***. Rio de Janeiro, 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) - Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2022.

Atualmente, são conhecidas mais de 500 espécies de frutos amazônicos com potencial de uso pelos seres humanos. Há uma grande variedade de compostos bioativos presentes nesses frutos, no entanto, muitos ainda não foram muito explorados academicamente e são, ainda hoje, comercializados in natura ou minimamente processados. O desenvolvimento e aperfeiçoamento de processos visando ampliar a oferta dos produtos derivados dos frutos da Amazônia pode contribuir para o desenvolvimento socioeconômico das comunidades locais. Nos últimos anos, houve um aumento significativo da demanda de óleos vegetais contendo compostos bioativos, como tocoferóis, fitosteróis e carotenoides, principalmente para aplicações nas indústrias de cosméticos e de alimentos. O Tucumã-do-pará (*Astrocaryum vulgare* Mart.) se destaca como um dos frutos com maior concentração de carotenoides, o que concede ao mesmo propriedades funcionais, como por exemplo seu caráter antioxidante. No entanto, o óleo de tucumã e seus compostos minoritários são suscetíveis à oxidação, o que é um limitante para sua aplicação industrial. Esse trabalho teve como objetivo avaliar o processo de microencapsulamento por *spray drying*, como uma técnica potencial para melhorar a estabilidade oxidativa da oleína de tucumã. As isotermas de sorção e a estabilidade oxidativa das micropartículas foram determinadas para avaliar a eficiência do processo. Por meio do estudo das isotermas de sorção, observou-se que para valores de atividade de água superiores a 0,75, a umidade da amostra aumentava exponencialmente, indicando uma condição limite para o armazenamento das micropartículas. Os resultados dos testes de estabilidade oxidativa em Rancimat indicaram que houve um aumento de aproximadamente 65% no tempo de indução das micropartículas se comparado com o da oleína não encapsulada. Além disso, observou-se que após 60 dias armazenadas em atmosfera com umidade relativa de 75% não houve sorção significativa de umidade o que contribuiu para manter a estabilidade oxidativa do pó superior ao valor obtido para a oleína. Dessa forma, concluiu-se que o microencapsulamento foi um método eficaz para

proteção dos compostos bioativos presentes na oleína de tucumã, potencializando assim sua aplicação industrial.

Palavras-chave: tucumã; *Astrocaryum vulgare* Mart.; estabilidade oxidativa; microencapsulamento; *spray drying*; oleína.

## ABSTRACT

Almeida, Felipe Dresch Ribeiro de. **Estabilidade Oxidativa da Oleína de Tucumã (*Astrocaryum vulgare* Mart.) Após Microencapsulamento por *Spray Dryer***. Rio de Janeiro, 2022. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) - Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2022.

More than 500 species of Amazonian fruits with potential use by humans are currently known. There is a wide variety of bioactive compounds present in these fruits, however, many have not yet been the subject of academic studies and are, even today, marketed in natura or minimally processed. The development and improvement of processes which aim at expanding the supply of products derived from Amazonian fruits can contribute to the socioeconomic development of local communities. In recent years, there has been a significant increase in the demand for vegetable oils containing bioactive compounds such as tocopherols, phytosterols and carotenoids, mainly for applications in the cosmetics and food industries. Tucumã-do-pará (*Astrocaryum vulgare* Mart.) stands out as one of the fruits with the highest concentration on carotenoids, which gives it functional properties, such as its antioxidant behavior. However, tucuma oil and its bioactive compounds are susceptible to oxidation, which limits its industrial applications. This objective of the present work is to evaluate the process of microencapsulation by spray drying as a potential technique to improve the oxidative stability of tucuma olein. The sorption isotherms and the oxidative stability of the microparticles were determined to evaluate the efficiency of the process. Through the study of sorption isotherms, it was observed that for values of water activity greater than 0.75, the moisture content of the sample increased exponentially, which showed a limit value for the storage of microparticles. The results of the oxidative stability tests on Rancimat indicated that there was an increase of approximately 65% in the induction time of the microparticles compared to that of the non-encapsulated olein. In addition, it was observed that after 60 days stored in an atmosphere with a relative humidity of 75%, there was no significant sorption of water, which contributed to maintaining the oxidative stability of the powder higher than the value obtained for the olein. Therefore it was concluded that microencapsulation was an effective process to protect the bioactive compounds in the olein, leveraging its industrial application.



Keywords: tucuma; *Astrocaryum vulgare* Mart.; oxidative stability; microencapsulation; spray drying; olein.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Árvore do tucumã-do-pará. ....	16
Figura 2. Fruto do tucumã-do-pará.....	17
Figura 3. Diferentes morfologias de microcápsulas. ....	20
Figura 4. Mecanismo geral de um equipamento <i>Spray Dryer</i> . ....	23
Figura 5. Isotermas de sorção para farinhas de jamelão, jambo e jabuticaba.....	28
Figura 6. Esquema de um aparelho Rancimat para avaliação de estabilidade oxidativa. ....	29
Figura 7. Oleína de tucumã-do-Pará utilizada no experimento.....	30
Figura 8. Emulsão preparada no homogeneizador de bancada (à esquerda) e emulsão no recipiente de alimentação do <i>spray dryer</i> (à direita). ....	31
Figura 9. <i>Spray Dryer</i> de escala laboratorial da marca LabPlant. ....	32
Figura 10. Analisador de umidade da marca Sartorius. ....	34
Figura 11. Representação esquemática do dessecador com solução salina supersaturada (à esquerda) e foto de uma amostra no interior do dessecador (à direita). ....	36
Figura 12. Amostras da oleína de tucumã encapsulada e não encapsulada (à esquerda) e montagem do tubo contendo a amostra no aparelho Rancimat (à direita). ....	38
Figura 13. Aparência das amostras de oleína de tucumã microencapsulada.....	40
Figura 14. Gráfico de umidade de equilíbrio versus atividade de água de cada amostra.....	42
Figura 15. Ajuste não-linear aos dados de umidade do equilíbrio e atividade de água utilizando-se o programa STATISTICA. ....	43
Figura 16. Curva de condutividade para análise de estabilidade oxidativa das amostras de oleína (curvas roxa e verde) e das micropartículas da oleína (curvas azul e vermelha). ....	44

**LISTA DE TABELAS**

Tabela 1. Proporção mássica dos componentes na emulsão.....	31
Tabela 2. Planejamento experimental para operação do <i>spray drying</i> .....	33
Tabela 3. Atividades de água das soluções salinas supersaturadas. ....	35
Tabela 4. Resultados experimentais de eficiência e umidade.....	39
Tabela 5. Massas das amostras e umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) após uma semana mantidas em dessecadores contendo diferentes soluções salinas supersaturadas. ....	41
Tabela 6. Parâmetros de ajuste dos dados experimentais ao modelo GAB. ....	43
Tabela 7. Tempos de indução (média $\pm$ desvio padrão) para a oleína de tucumã e para as micropartículas em diferentes condições e tempos de armazenamento. ....	46

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>13</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>15</b>
2.1 Objetivo geral .....	15
2.2 Objetivos específicos .....	15
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>16</b>
3.1 Tucumã e seu óleo .....	16
3.2 Fracionamento .....	18
3.3 Microencapsulamento .....	19
3.3.1 Panorama geral .....	19
3.3.2 <i>Spray Drying</i> .....	22
3.3.3 Parâmetros de processo na literatura .....	24
3.4 Propriedades Físicas e Químicas .....	26
3.4.1 Teor de Umidade .....	26
3.4.2 Isotermas de Sorção .....	27
3.4.3 Estabilidade Oxidativa .....	28
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>30</b>
4.1 Matéria-Prima.....	30
4.2 <i>Spray Drying</i> .....	30
4.2.1 Preparo da amostra .....	30
4.2.2 Operação do <i>Spray Dryer</i> .....	32
4.3 Testes de umidade.....	34
4.4 Isotermas de sorção.....	35
4.5 Estabilidade oxidativa .....	37
<b>5. RESULTADOS .....</b>	<b>39</b>
5.1 Condições operacionais.....	39
5.2 Balanço de energia.....	39
5.3 Isotermas de sorção.....	40
5.4 Estabilidade Oxidativa .....	44
<b>6. CONCLUSÕES.....</b>	<b>46</b>
<b>7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>47</b>
<b>8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>48</b>
<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>54</b>
<b>APÊNDICE B .....</b>	<b>57</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O Brasil é um dos países com maior biodiversidade no mundo, sendo um dos 17 países considerados como megadiversos (UNESCO, 2022). Quando se fala na diversidade de frutas, somente a região amazônica engloba aproximadamente 44% das frutas nativas do Brasil, sendo conhecidas mais de 500 espécies com potencial uso industrial (ALMEIDA; SANTOS, 2020; SINGH, 2015). Estima-se, ainda, que cerca de 70% das espécies da região ainda não foram identificadas. Essa biodiversidade se reflete num grande potencial em relação a compostos bioativos e alimentos funcionais, no entanto, ainda se pode identificar diversas barreiras para que seja apropriadamente aproveitada. As principais barreiras encontradas pela população local são a dificuldade de padronização do processo, problemas de transporte e armazenamento do produto, dificuldade de acesso a novas tecnologias e, principalmente, falta de regularidade de oferta, visto que são produtos altamente perecíveis (ALMEIDA; SANTOS, 2020).

Algumas espécies já conseguiram ter seu comércio ampliado e, hoje, não são mais limitadas como um produto regional, como por exemplo o açaí e a castanha-do-pará. No entanto, muitos outros ainda possuem seu real potencial inexplorado, como o tucumã, o buriti e o bacuri, entre outros. Dentre as várias espécies presentes no ecossistema amazônico, destacam-se as plantas da família *Arecaceae*, popularmente conhecidas como palmeiras, que estão presentes na região na forma de mais de 150 espécies (MATHIAS, 2014). Essas árvores possuem uma importância histórica na subsistência dos povos originários, já que oferecem uma quantidade significativa de amidos, proteínas, vitaminas e óleos, utilizados na alimentação. No entanto, ainda hoje, poucas espécies podem ser consideradas como relevantes no cenário econômico nacional, sendo muitas vezes utilizadas apenas para subsistência ou comércio regional. As pesquisas em escala laboratorial visam identificar processos técnica e economicamente competitivos para processamento dos frutos das palmeiras nativas da Amazônia. Uma frente promissora visa concentrar os compostos bioativos presentes nesses frutos, para utilização em alimentos funcionais (SINGH, 2015).

A demanda por óleos vegetais contendo compostos bioativos vem crescendo consideravelmente, pois além de poderem ser utilizados diretamente na alimentação, também podem ser insumos das indústrias química, alimentícia e farmacêutica. Dentre os compostos com maior interesse comercial, destacam-se os ácidos graxos insaturados, fitosteróis, tocoferóis, compostos fenólicos e carotenoides (SINGH, 2015). Os carotenoides possuem grande importância na saúde humana por terem alto poder antioxidante e agirem como

precursores de vitamina A no organismo. O tucumã é um dos frutos com maior concentração desse composto, o que concede a ele atividade antioxidante, anti-inflamatória e anti-hiperglicêmica (SANTOS; RUBIO; BALIEIRO *et al.*, 2021). Apesar desse potencial, o óleo de tucumã e seus compostos minoritários são suscetíveis à oxidação, o que pode limitar sua aplicação industrial. A oleína é uma fração do óleo, com menor ponto de fusão, obtida através do processo de fracionamento, e é uma alternativa para se ter um melhor aproveitamento econômico de um óleo vegetal.

Outro aspecto importante de se destacar é o impacto social que o estudo desses frutos pode proporcionar. O aperfeiçoamento das técnicas de processamento e o desenvolvimento de novas aplicações pode agregar valor aos produtos derivados, gerando renda para as comunidades locais e estimulando a agricultura familiar na região. Além disso, contribui para a diversificação de produtos pelas grandes indústrias de produtos naturais que usam os óleos vegetais como insumos. Para atender os conceitos de sustentabilidade, o desenvolvimento tecnológico deve levar em consideração os conhecimentos tradicionais dos povos da floresta. Para manter um fluxo comercial sustentável, a população local deve estar totalmente envolvida no processo, de modo a garantir que as soluções tecnológicas propostas se adequem às suas realidades. Segundo Almeida e Santos (2020) muitos desses frutos já possuem seu próprio significado local, em relação a aspectos socioculturais e religiosos. Para assegurar que as populações nativas e os produtores locais participem das decisões e que o processo seja embasado em práticas sustentáveis, é viável que as pesquisas dos frutos amazônicos e seus óleos sejam propulsores de inovação na região, agregando valor aos produtos e melhorando a qualidade de vida da região.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo geral

Este trabalho tem como objetivo avaliar a eficiência do processo de microencapsulamento por *spray dryer* para aumentar a estabilidade oxidativa da oleína de tucumã-do-pará (*Astrocaryum vulgare* Mart.), de forma a preservar as características próprias do óleo, como sua alta concentração em carotenoides.

### 2.2 Objetivos específicos

- Definição dos parâmetros operacionais para microencapsulamento da oleína de tucumã em *spray dryer*;
- Determinação da isoterma de sorção para micropartículas da oleína de tucumã;
- Definição da condição de estocagem ideal para as micropartículas, a partir de suas isotermas de sorção;
- Avaliação da estabilidade oxidativa das micropartículas durante armazenamento por 60 dias da amostra em atmosfera controlada.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Tucumã e seu óleo

Existe uma variedade de espécies diferentes de tucumã na natureza, sendo as mais comuns o tucumã-do-pará (*Astrocaryum vulgare* Mart.) e o tucumã-do-amazonas (*Astrocaryum aculeatum*). O tucumã pertence às famílias das palmeiras e cresce em áreas com baixa cobertura vegetal, ou próximo a rios. Apesar de poder ser encontrado em outros locais, ele é particularmente comum na região amazônica, sendo inclusive considerado a palmeira que melhor representa a cidade de Manaus (DIDONET; FERRAZ, 2014). O tucumã é considerado nativo do norte da América do Sul, sendo encontrado também na Venezuela, Peru, Guiana Francesa e Suriname.

Há diferenças entre a fisiologia da árvore do tucumã-do-pará (Figura 1) e do tucumã-do-amazonas. O primeiro possui diversas ramificações na sua estrutura, alcançando de 10 a 15 m de altura e entre 15 e 20 cm de diâmetro. Já o segundo pode chegar até 25 m de altura, sendo constituído por apenas um tronco. Essa planta apresenta alta resistência a doenças, pragas e condições extremas, como fogo, conseguindo inclusive rebrotar após queimadas. Essa característica faz com que seja uma alternativa viável para substituir culturas mais tradicionais, como as de dendê, cuja expansão do plantio pode causar impactos negativos na biodiversidade (MEIJAARD, BROOKS, CARLSON *et al.*, 2020; MORAIS; GUTJAHR, 2012).

**Figura 1. Árvore do tucumã-do-pará.**



Fonte: Evandro Marques – [www.coisasdaroca.com](http://www.coisasdaroca.com).



As sementes da palmeira do tucumã levam cerca de dois anos para começar a germinar e crescem lentamente, produzindo seus primeiros frutos entre quatro e oito anos (CALZAVARA, 1968; SHANLEY & MEDINA, 2005). Apesar de dar frutos durante todo o ano, a planta possui certa sazonalidade, florescendo melhor entre março e julho e frutificando entre janeiro e abril, principalmente (MATHIAS, 2014).

Quando adulta, a árvore de tucumã produz em média 25 kg de frutos por ano. Segundo MORAIS e GUTJAHR (2012), “em um hectare podem ser plantadas 400 touceiras, cada uma com três estipes em média, perfazendo um total de 1.200 árvores”. Dessa forma, um hectare de terra tem o potencial de produção de 30 toneladas de frutos por ano. Isso corresponde a uma quantidade de óleo de 4,8 toneladas/hectare/ano, considerando o óleo da polpa e do caroço. Este fruto (Figura 2) possui forma elipsoide, medindo entre 3 e 5 cm de comprimento. Quando maduro, possui cor alaranjada, odor bastante característico com notas florais e uma polpa fibrosa e oleosa, com cerca de 2 a 4 mm de espessura. Um fruto pesa em média 30 g, sendo 45% castanha (endocarpo), 30% casca (epicarpo) e 25% polpa (mesocarpo) (FERREIRA *et al.*, 2008).

**Figura 2. Fruto do tucumã-do-pará**



Fonte: Ferreira, Meire.

Segundo MATHIAS (2014), o fruto apresenta em média 46% de umidade, 5% de proteínas, 30% de lipídios, 9% de fibras e 3% em minerais, além de ser altamente nutritivo, por ser rico em provitamina A. Por esta razão, seu óleo possui alto valor para as indústrias de alimentos e cosméticos. O óleo da polpa apresenta coloração amarela ou alaranjada e odor agradável, e pode ser obtido a partir da maceração da polpa, seguido pela extração por prensagem contínua.

De acordo com o estudo de MORAIS e GUTJAHR (2012), o óleo extraído da polpa do tucumã contém “25,6% de ácidos graxos saturados e 74,4% de insaturados, compostos pelos

ácidos graxos palmítico, esteárico, oleico e linoleico”. Dentre os saturados, destaca-se o ácido palmítico, que corresponde a cerca de 33% do total de ácidos graxos. O ácido oleico é o que se encontra em maior proporção, cerca de 68%. A alta concentração de ácido oleico auxilia no caráter anti-inflamatório do óleo de tucumã, que também é intensificado pela presença de carotenoides, fitosteróis e tocoferóis (SINGH, 2015).

A demanda atual por óleos com composições especiais e, em particular, os provenientes de frutos de palmeiras visa contribuir para oferta de novos produtos obtidos a partir de ingredientes naturais e mais sustentáveis. No caso do tucumã, sua alta concentração de ômega 3, 6 e 9 fornece um caráter emoliente, tornando-o de grande versatilidade como insumo para a indústria de cosméticos. Além disso, possui uma alta concentração de beta caroteno, apenas inferior à do óleo de buriti, sendo em média de 200 mg/100 g de óleo (MORAIS; GUTJAHR, 2012). Um estudo de Chaves & Pechnik (1987) mostrou que “o consumo de 30 g de polpa do fruto de tucumã supre três vezes a necessidade diária de vitamina A de uma criança e representaria a dose diária recomendada para um homem adulto”.

Dessa forma, o consumo desse fruto pode trazer benefícios à saúde, prevenindo doenças e carências nutricionais. Atualmente, o povo da região já o consome de diversas maneiras, como fruta *in natura*, na forma de sorvete, como recheio de sanduíches e tapiocas ou como uma bebida popularmente chamada de “vinho de tucumã”. Além do consumo na alimentação humana, os frutos e sementes também podem ser utilizados na alimentação animal. A gordura da castanha, rica em ácido láurico, pode ser usada na indústria de produtos de higiene, alimentícia ou cosmética (MORAIS; GUTJAHR, 2012).

A população local faz uso de quase todas as partes do tucumã, e não somente do fruto. O estipe é utilizado na confecção de arcos e na construção civil; as folhas podem ser utilizadas na fabricação de cestos, chapéus e outros adereços, além de fornecer a fibra “tucum”, que pode ser utilizada para confecção de redes, sacos e bolsas; o meristema apical fornece o palmito, que pode ser consumido como alimento (DIDONET; FERRAZ, 2014).

### **3.2 Fracionamento**

O fracionamento é um processo comum de beneficiamento de óleos vegetais que apresentam baixo ponto de fusão, como é o caso do óleo de tucumã. É um processo que se baseia na cristalização de uma fração do óleo, promovendo uma separação parcial de suas frações, de acordo com seus pontos de fusão. O óleo é inicialmente aquecido e, a seguir,

resfriado lentamente, para que haja formação dos cristais oriundos, principalmente, dos triglicerídeos saturados, sendo esses filtrados para separação final das fases. Desta forma, obtém-se uma fração líquida, com menor ponto de fusão, denominada oleína, e uma fração sólida de ponto de fusão mais elevado, denominada estearina (MOTA, 2016).

O fracionamento é um método alternativo à hidrogenação para se obter gorduras técnicas, com propriedades e estabilidades desejadas, sem formação de ácidos graxos *trans*. Essas gorduras possuem diversas aplicações na indústria de alimentos, como em frituras, panificação e biscoitos. Um exemplo é a estearina de palma, que é utilizada na fabricação de margarinas, pastéis e massas folhadas.

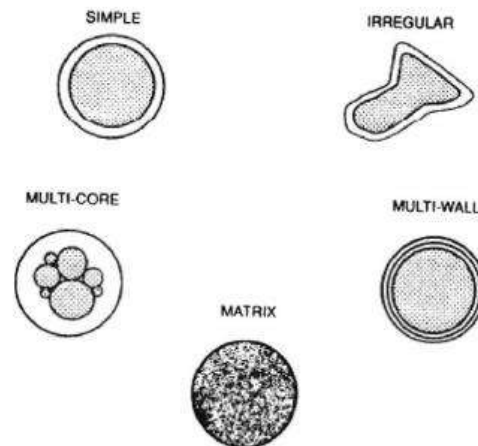
A estearina é a fração mais rica em ácidos graxos saturados, como o palmítico e esteárico, enquanto a oleína é mais rica em ácidos graxos insaturados, como o oleico e o linoleico. Este processo potencializa o uso da oleína como fonte de compostos bioativos, visto que sua maior concentração em ácidos graxos insaturados amplia suas propriedades funcionais (MOTA, 2016).

### **3.3 Microencapsulamento**

#### **3.3.1 Panorama geral**

O microencapsulamento é um processo, no qual gotículas líquidas, contendo um baixo teor de partículas sólidas ou compostos gasosos são envolvidos por uma camada externa, que atua como barreira física para agentes externos. Com isso, são formadas partículas micrométricas, garantindo novas propriedades para o material (MAIA, 2021). De acordo com Arshady (1993), microcápsulas podem ser descritas como “pacotes micrométricos”, contendo um material ativo, envolvido por um material de parede. De forma simplificada, uma microcápsula pode ser considerada como uma pequena esfera com uma parede uniforme, apesar de poder adotar outras formas, dependendo do material de parede e do método utilizado na sua produção (Figura 3). Os componentes aprisionados são geralmente denominados de “núcleo” ou “material encapsulado”, enquanto a barreira externa pode ser chamada de “material de parede” ou “material encapsulante” (GHARSALLAOUI *et al.* 2007).

**Figura 3. Diferentes morfologias de microcápsulas.**



Fonte: Gharsallaoui et al. 2007.

A camada externa aumenta a resistência do material à degradação térmica e oxidativa, estabilizando compostos sensíveis, como vitaminas, e aumentando o tempo de prateleira do produto. Em certos casos, melhora a textura e facilita o manuseio do material encapsulado, podendo também ter um impacto sensorialmente positivo na coloração ou sabor, já que pode mascarar sabores indesejáveis. Além disso, possibilita a liberação controlada de substâncias, o que é particularmente útil na indústria de fármacos e cosméticos. Por fim, também pode servir na diluição de uma substância do núcleo, quando é necessário seu uso em baixas concentrações (MAIA, 2021, SILVA-JAMES; NOGUEIRA; FREITAS, 2018).

Toda essa variedade de usos faz com que o microencapsulamento seja relevante em diversos ramos, como agrícola, farmacêutico, cosmético e alimentício. Na agricultura, é utilizado na aplicação de feromônios para substituir pesticidas, visto que se consegue evitar a proliferação de pragas de uma forma menos agressiva ao meio ambiente. Na indústria farmacêutica, é de grande utilidade a liberação lenta de medicamentos no organismo, reduzindo seus efeitos colaterais. Por fim, na indústria de alimentos, existe uma gama de aplicações, como alimentos funcionais, flavorizantes/aromatizantes e microencapsulamento de óleos vegetais com propriedades bioativas. A fração lipídica é, em geral, suscetível à oxidação e possui baixa solubilidade na maioria dos alimentos, sendo o microencapsulamento uma alternativa recomendada (MAIA, 2021).

Existem diversas técnicas disponíveis para o microencapsulamento, cada qual com suas vantagens e desvantagens. É importante que, independentemente da técnica utilizada, o material de parede seja inerte e aprovado para o uso, além de ter um processo que garanta a estabilidade

dos princípios ativos e a manutenção de suas propriedades funcionais. Para isso, é necessário avaliar cada técnica e escolher a que melhor se adequa à aplicação desejada. Elas podem ser divididas em processos químicos e físicos. Nos químicos, o material da parede se forma durante o próprio processo, envolvendo o material ativo. Um exemplo claro desse tipo de processo é a polimerização. Já nos processos físicos, o material de parede já se encontra na sua forma final, precisando apenas revestir o núcleo, como nas técnicas de leite fluidizado, *spray chilling*, *spray drying* e liofilização (GHARSALLAOUI *et al.* 2007).

A técnica mais difundida, em especial na indústria de alimentos, é a de *spray drying*, devido a seu menor custo de implementação e baixa complexidade. Além disso, por não elevar muito a temperatura do núcleo, ele é particularmente adequado para aplicações em materiais termosensíveis, como é o caso de alguns óleos vegetais. Poshadri e Kuna (2010) relataram em seu estudo que a técnica de *spray drying* é econômica e bastante eficaz para a proteção do núcleo.

Desde os anos 1930, já se utilizava o método de microencapsulamento por *spray drying* para encapsular flavorizantes usando goma arábica como material de parede (SHAHIDI & HAN, 1993). No entanto, os primeiros registros oficiais do uso de microcápsulas na indústria de alimentos são de uma patente depositada em 1951 por William Griffin, a qual descreve o processo de produção de óleos essenciais de menta e cravo na forma de pó (ARSHADY, 1993, GRIFFIN, 1951). Inúmeros estudos sobre a aplicação do microencapsulamento de óleos vegetais são encontrados na literatura. Roccia *et al.* (2014) descreveram o uso desse processo para encapsulamento de óleo de girassol, estudando as condições para maximizar a qualidade do pó obtido. O estudo de Pereyra-Castro *et al.* (2018) avaliou a influência do modo de homogeneização da suspensão na morfologia e qualidade da microcápsula de óleo de chia. Copado *et al.* (2021) também relataram a aplicação de microencapsulamento para o óleo de chia, indicando o uso de uma técnica de deposição eletrostática para criação de múltiplas camadas na microcápsula. Başığit *et al.* (2020) estudaram a estabilidade do óleo de cereja azeda (ginja) após processo de microencapsulamento por *spray drying*. Maia (2021) avaliou a influência de diferentes parâmetros do processo de *spray drying* na eficiência de secagem da suspensão de óleo de farelo de arroz, propondo um modelo matemático para estimar a umidade do pó em função da vazão de alimentação da emulsão e da temperatura e vazão de entrada do ar.

Para o contexto do presente trabalho, destaca-se a pesquisa de Santos *et al.* (2021) a qual avaliou a eficiência de microencapsulamento do óleo de tucumã-do-pará, utilizando a técnica

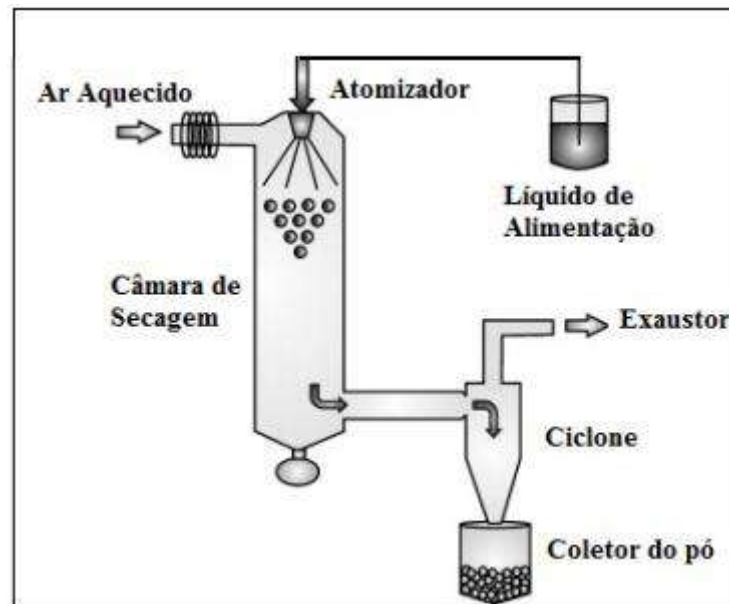
de secagem por *spray drying*. Neste caso, os autores estudaram o efeito da proporção de óleo em relação ao conteúdo total de sólidos na emulsão (100, 200 e 300 g/kg) e da temperatura de entrada de ar no *spray dryer* (120 e 180 °C) na estabilidade das micropartículas. Foram obtidas micropartículas estáveis ao armazenamento, tanto em temperatura ambiente quanto ao serem expostas a temperaturas mais altas. No entanto, foi observado que as micropartículas apresentaram menor retenção de carotenoides se comparado ao óleo não encapsulado. Este resultado é esperado pois no processo de secagem ocorre exposição do óleo a temperaturas elevadas na presença de oxigênio.

### 3.3.2 *Spray Drying*

O processo de *spray drying* consiste na atomização de uma emulsão ou suspensão no interior de uma câmara com circulação de ar quente, gerando partículas micrométricas. Essa técnica é bastante utilizada na indústria de alimentos, visto que requer um pequeno tempo de secagem, da ordem de 30 s, o que contribui para preservar as propriedades funcionais, nutricionais e organolépticas do material do núcleo. O primeiro depósito de uma patente se deu em 1872, quando Samuel Percy descreveu a técnica de *spray drying* para produção do leite em pó, aumentando de forma significativa sua vida de prateleira (ZBICINSKI, 2017). Atualmente, esse processo é utilizado em muitos outros setores da indústria, como por exemplo, na produção de café solúvel, corantes, aromas e detergentes.

As etapas gerais de funcionamento de um *spray dryer* estão ilustradas na Figura 4. Inicialmente, o material líquido passa pelo atomizador, onde é transformado em pequenas gotas, a fim de aumentar a área superficial e diminuir o volume de cada gota, possibilitando uma secagem mais eficiente. A atomização pode ser feita por pressão ou força centrífuga, sendo alguns exemplos de atomizadores o de fluido único, de disco rotativo e o pneumático. Segundo Foust *et al.* (1982), o mais recomendado para se trabalhar com maiores vazões e partículas de diâmetro reduzido são os atomizadores de fluido único, também denominados de atomizadores de bico de pressão (*pressure nozzle atomizer*). Estes compreendem uma parte que gera turbulência no escoamento do líquido e um orifício com tamanho variável, por onde o fluido entra na câmara de secagem a altas pressões (TAMIME, 2009). O tamanho das gotículas geradas varia de acordo com as condições de operação do processo e das propriedades físico-químicas do material, principalmente a sua viscosidade.

**Figura 4. Mecanismo geral de um equipamento *Spray Dryer*.**



Fonte: Sosnik; Seremeta, 2015.

Após ser atomizado, o líquido, na forma de gotículas, entra em contato com o ar aquecido no interior da câmara. Ele pode seguir o mesmo caminho do ar aquecido, processo denominado de co-corrente, ou na direção oposta à corrente de ar, o que é chamado de contracorrente. No processo co-corrente, a secagem ocorre de forma mais rápida, e o produto seco é exposto a temperaturas mais moderadas, sendo mais adequado para aplicações em substâncias termossensíveis. Já o método contracorrente possui menor custo energético, visto que o ar de entrada entra em contato com um produto já parcialmente seco, o que permite uma maior eficiência de secagem (GHARSALLAOUI *et al.* 2007). Durante a passagem na câmara de secagem, o contato das gotas de líquido com o ar quente faz com que haja transferência de calor do ar para o líquido e, a partir de um dado momento, uma transferência de massa de água na forma de vapor para a corrente de ar. Dessa forma, ainda se faz necessária uma etapa de separação entre o produto seco e o ar úmido, que sai do sistema. Para isso, é comum utilizar-se um ciclone externamente à câmara de secagem, no qual as partículas sólidas são separadas do ar úmido, que segue para a exaustão (TAMIME, 2009).

Em relação ao uso do *spray drying* como técnica de microencapsulamento, ele envolve quatro etapas: o preparo, homogeneização e atomização da emulsão seguidas da secagem das partículas atomizadas. A homogeneização é uma etapa relevante, visto que, geralmente, as emulsões são compostas por um material hidrofóbico no núcleo, o qual é imiscível na solução

contendo o material de parede. Para isso, pode-se adicionar um agente emulsificante ou agitar e aquecer a emulsão, para que seja totalmente homogeneizada, possibilitando a formação de partículas uniformes. Essas micropartículas são formadas ao passar pelo atomizador, que transforma o líquido em gotículas aproximadamente esféricas quando entram na corrente de gás. Durante o escoamento na câmara de secagem, a água da superfície evapora, gerando assim as microcápsulas (DZIEZAK, 1988).

Keshani *et al.* (2015) demonstraram que as principais variáveis que afetam a qualidade e características do produto são os parâmetros de processo, o *design* do equipamento e as propriedades do líquido a ser atomizado. Em relação ao fluido de alimentação, a viscosidade, densidade e concentração são as principais variáveis que afetam as características do pó. O tamanho da partícula aumenta quando a viscosidade e concentração da alimentação aumentam e sua densidade diminui. Um aumento do teor de sólidos totais da mistura líquida reduz a quantidade de água a ser evaporada e, conseqüentemente, o calor consumido durante o processo. Quanto ao *design* do equipamento, as dimensões de diferentes componentes podem afetar a eficiência de secagem, assim como o tamanho das partículas formadas. A dimensão dos bicos aspersores, o comprimento da câmara de secagem e o comprimento do ciclone afetam diretamente a umidade e granulometria final do pó. Por fim, os efeitos dos parâmetros de processo também são de grande relevância, como as vazões e temperaturas de alimentação da emulsão e do ar. Uma vazão alta do ar resulta em um baixo tempo de residência na câmara de secagem, contribuindo para uma maior umidade residual no produto; uma maior vazão do líquido na entrada aumenta a granulometria das micropartículas; maior temperatura do fluido reduz a viscosidade e, conseqüentemente, o tamanho das partículas; uma maior temperatura de entrada do ar reduz a umidade final do pó. Para todas essas variáveis, deve-se levar em conta seus limites. No caso da vazão do ar, valores elevados podem arrastar as partículas para o exaustor e no caso da temperatura do ar, valores mais altos podem causar rachaduras nas paredes das partículas, tendo impacto negativo na qualidade do produto (ENGEL *et al.* 2017; GHARSALLAOUI *et al.* 2007).

### **3.3.3 Parâmetros de processo na literatura**

A escolha do material de parede influencia diretamente a eficiência do processo e a estabilidade das micropartículas. Como geralmente a alimentação do *spray dryer* é feita em solução ou emulsão aquosa, é importante garantir um material de parede que tenha solubilidade em água, além de apresentar propriedades de formação de filme e baixa viscosidade. Para



aplicações na indústria alimentícia o material deve ser compatível com uso em alimentos, sendo usados biopolímeros de diferentes naturezas, como por exemplo amidos, gomas naturais, proteínas e maltodextrina (MAIA, 2021; GHARSALLAOUI *et al.* 2007).

No caso de microencapsulamento de óleos graxos, o material de parede deve apresentar um elevado poder emulsificante, ser estável e não permitir a separação das fases, óleo/água, durante a secagem. Os materiais mais recomendados para esse fim são a maltodextrina, gelatina, goma arábica, goma xantana, amido modificado e pululano (GHARSALLAOUI *et al.* 2007). Apesar de os amidos *in natura* também serem boas escolhas, estes possuem propriedades interfaciais ruins e precisam ser modificados quimicamente para aprimorar sua atividade superficial.

O trabalho de Gharsallaoui *et al.* (2007) destaca alguns artigos que aplicaram goma arábica, maltodextrina e amido modificado como material de parede. Os autores destacam os trabalhos de Krishnan *et al.* (2005), sobre o microencapsulamento para oleoresina de cardamomo e de Kanakdande *et al.* (2007), que estudou a oleoresina de cominho.

Santos *et al.* (2021) também estudaram o microencapsulamento do óleo de tucumã usando goma arábica como material encapsulante. No entanto, segundo reportado por Bertolini, Siani e Grosso (2001), o uso apenas da goma arábica não protege o material do núcleo contra oxidação, pois forma uma camada semipermeável. Roccia *et al.* (2014) utilizaram uma mistura de maltodextrina com hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) para encapsular óleo de girassol. Por fim, o trabalho de Maia (2021) avaliou o processo de microencapsulamento de óleo de farelo de arroz utilizando como material de parede uma mistura de maltodextrina e amido octenil succinato de sódio (CAPSUL®). O capsul é comercializado pela empresa Ingredion como um substituto do amido natural e, pelas suas características físicas e químicas, apresenta melhor retenção de óleos, baixa viscosidade e propriedades hidrofílicas e hidrofóbicas (SILVA-JAMES, CASTRO *et al.* 2019).

Trabalhos reportados na literatura destacam o efeito das proporções material de parede, núcleo e água na eficiência do processo e na qualidade do pó. Dentre os estudos previamente citados, a relação entre o óleo e o material de parede varia entre 5 e 30% em massa. No entanto, estudos mais recentes mostraram que as proporções de 1:3 (25%) ou 1:4 (20%) promovem uma secagem mais eficiente, aumentando a estabilidade dos compostos bioativos do núcleo (SANTOS; RUBIO; BALIEIRO *et al.*, 2021; SILVA-JAMES, CASTRO *et al.* 2019; MAIA, 2021). Nos trabalhos acima citados, este fator variava entre 20 e 30% de sólidos, pois depende da quantidade de água necessária para solubilizar e homogeneizar a mistura.

As condições operacionais para o microencapsulamento em *spray dryer* são os fatores mais destacados na literatura com vistas a aumentar a eficiência do processo e a qualidade das micropartículas. Os principais parâmetros avaliados são a vazão de alimentação de líquido e a vazão e temperatura de entrada do ar. Segundo relatado nos trabalhos acadêmicos mais recentes, o aumento na vazão de alimentação da emulsão resulta em uma menor eficiência de secagem. No estudo de Maia (2021) não foi observado uma diferença significativa na eficiência do processo entre as vazões de 280 e 485 mL/h, entretanto uma redução significativa na eficiência foi observada para a vazão de 695 mL/h. Vazões de ar muito elevadas além de causar um maior consumo energético, podem transportar para o ciclone partículas com umidade acima do desejado. A eficiência de secagem também aumenta quando a temperatura do de entrada do ar aumenta. Temperaturas de até 110°C fornecem um produto com umidade bastante elevada, não sendo adequadas para essa aplicação. Os estudos reportam que, para temperaturas a partir de 150 °C, a vazão do ar não afeta tanto a umidade do produto final, visto que a secagem é quase que instantânea. Temperaturas muito elevadas, acima de 180 °C, também não são recomendadas para evitar degradação de compostos bioativos de interesse (MAIA, 2021; SANTOS; RUBIO; BALIEIRO *et al.*, 2021; SILVA-JAMES, CASTRO, FREITAS *et al.* 2019; SILVA-JAMES, NOGUEIRA, FREITAS *et al.* 2018).

### **3.4 Propriedades Físicas e Químicas**

Para avaliar a estabilidade do produto gerado no microencapsulamento, de óleos vegetais, análises físicas e químicas são recomendadas, em particular a estabilidade oxidativa, isotermas de sorção, determinação de teor de umidade da amostra e microestrutura do pó (MEV). Esse tópico visa esclarecer as aplicações desses testes e suas implicações na qualidade das micropartículas.

#### **3.4.1 Teor de Umidade**

O teor de umidade é um dos principais parâmetros para avaliação do desempenho do processo de microencapsulamento por *spray drying*, pois indica a eficiência de secagem da amostra. Além disso, também afeta diretamente a manipulação, qualidade e estocagem do produto, visto que em determinadas condições, pode haver proliferação de fungos, além de estimular o processo de oxidação do óleo encapsulado (RASCHEN *et al.* 2014). Para óleos

microencapsulados, é recomendado um teor de umidade de até 5%, a fim de preservar a estabilidade oxidativa do mesmo (MAIA, 2021).

O método mais utilizado para determinação da umidade é o de perda de água por desidratação, no qual a amostra é aquecida em estufa e pesada até atingir massa constante. Assim, considera-se que a perda de massa é correspondente à massa de água evaporada. No entanto, esse tipo de ensaio é demorado e inadequado para aplicações em indústrias ou laboratórios que precisem de resultados mais rápidos. Dessa forma, existem outras técnicas para essa análise, como por exemplo o processo de desidratação assistida por radiação micro-ondas ou o uso de analisador de umidade assistido por radiação infravermelho, neste caso a perda de umidade é registrada continuamente. (RASCHEN *et al.* 2014).

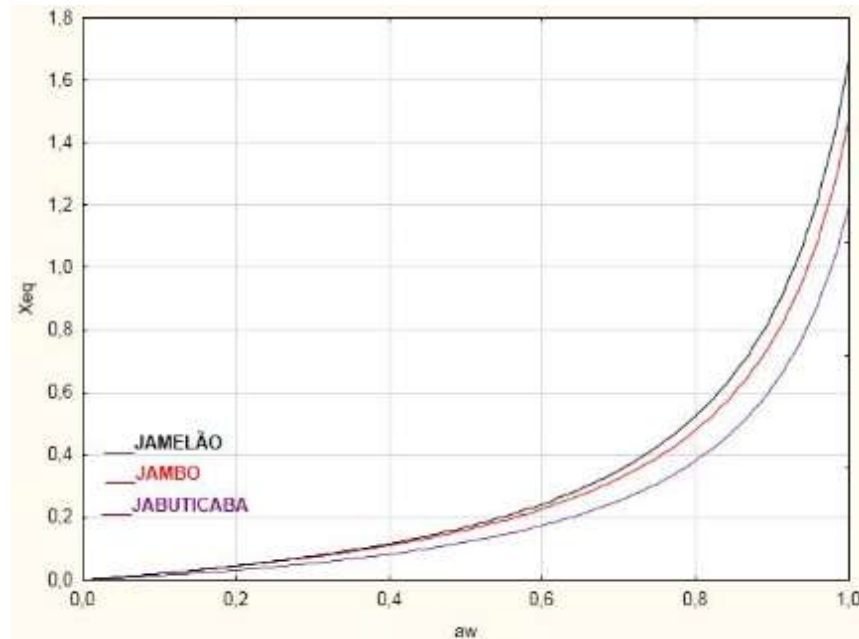
### 3.4.2 Isotermas de Sorção

Para um processo de secagem não é importante apenas seu teor de umidade logo após o processamento, mas também a umidade de equilíbrio, que consiste na umidade final que o produto pode atingir após longo tempo de estocagem, no qual pode ganhar ou perder água para o ambiente. Uma forma de se avaliar este comportamento é por meio do estudo das isotermas de sorção. As curvas de sorção fornecem a relação da quantidade de água adsorvida em função da atividade de água do meio. A partir destas curvas, é possível estimar o teor de água no produto em ambientes com diferentes temperaturas e umidades relativas, indicando as condições ideais para estocagem do produto (CELESTINO, 2010; ZEYMER, 2017).

Para se obter as isotermas de sorção, é necessário armazenar amostras do produto em diferentes condições de umidade relativa, mantendo-se a temperatura constante. Desta forma, a umidade de equilíbrio pode ser relacionada com as atividades de água em cada condição. Com estes resultados, é possível determinar a umidade da monocamada e, posteriormente, ajustar os dados usando modelos matemáticos disponíveis na literatura. Para matrizes com afinidade ao vapor de água, os mais comuns são os modelos BET e GAB. Dessa forma, é possível plotar uma curva como ilustrada na Figura 5, obtida por Silva (2017) para as farinhas derivadas dos frutos de jamelão, jambo e jabuticaba. Recomenda-se armazenar o produto seco em uma atividade de água inferior ao valor que corresponde à inflexão exponencial da curva, para evitar um acúmulo excessivo de água e, como consequência, a degradação química, microbiológica e

sensorial do produto. No entanto, atividades de água muito baixas além de aumentar os riscos de fissuras na estrutura do pó, agregam custo à logística de estocagem e devem ser evitadas.

**Figura 5. Isotermas de sorção para farinhas de jamelão, jambo e jabuticaba.**



Fonte: da Silva, 2017.

### 3.4.3 Estabilidade Oxidativa

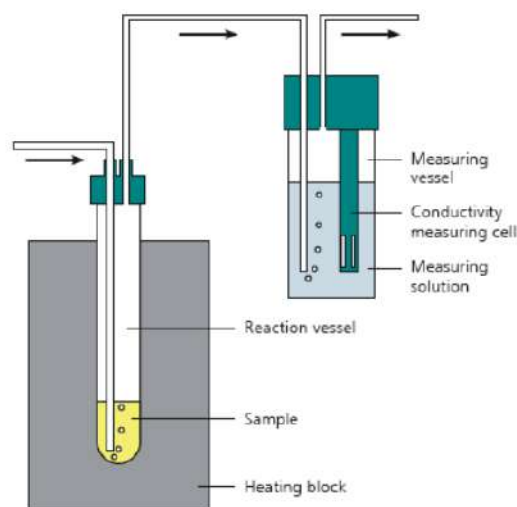
O principal objetivo ao se microencapsular um óleo comestível é inibir sua degradação oxidativa, que pode ser acelerada pelos seguintes fatores externos: exposição à luz, oxigênio, umidade e altas temperaturas; ou presença de enzimas e metais pesados, que podem agir como catalisadores para a reação. Dessa forma, o encapsulamento cria uma barreira ao meio externo, retardando essa degradação (MATHIAS, 2014). Para avaliar o sucesso do microencapsulamento, faz-se necessário, então, avaliar a estabilidade oxidativa da amostra encapsulada, comparando-a com uma amostra controle de óleo não processado.

Os testes que avaliam a oxidação da amostra se baseiam nas alterações que ela sofre ao longo dessa reação. Alguns desses testes se baseiam em análise sensorial ou na quantificação de índice de peróxidos, de dienos conjugados, de carbonila, de voláteis, da redução de ácidos graxos insaturados, entre outros (VIEIRA, 1998; ANTONIASSI, 2001). A oxidação é uma

reação que pode levar um longo tempo. Para fins analíticos, foi desenvolvido um teste de oxidação acelerada, através de adição de metais, aumento da pressão parcial de oxigênio, exposição à luz ou, a mais comum, que é sob elevação de temperatura na presença de oxigênio. Assim, define-se um valor limite para esses parâmetros, onde é considerado que se atingiu um nível de rancidez significativo. O tempo que a amostra leva para atingir esse valor é denominado de tempo de indução e é o parâmetro usado para determinar a estabilidade oxidativa (MATHIAS, 2014).

Os métodos mais comuns para esse tipo de análise são hoje automatizados e medem ou a absorção de oxigênio ou a formação de voláteis durante a oxidação. As análises que consideram o consumo de oxigênio podem ser feitas por gravimetria, verificando a quantidade que foi absorvida pela amostra, ou por diferencial de pressão no *headspace*. Já as análises de voláteis utilizam equipamentos sofisticados como Rancimat ou OSI (*Oil Stability Instrument*) para medir o diferencial de condutividade elétrica. O equipamento mais utilizado em escala laboratorial é o Rancimat, cujo mecanismo pode ser observado na Figura 6. A amostra é aquecida a uma determinada temperatura, acelerando a reação de oxidação e liberando voláteis que são borbulhados em um compartimento de medição contendo água. Nesse compartimento, há um eletrodo que mede continuamente a condutividade dessa solução, interrompendo a análise ao atingir o valor limite definido, indicando assim o tempo de indução do óleo (MASZEWSKA et al., 2018).

**Figura 6. Esquema de um aparelho Rancimat para avaliação de estabilidade oxidativa.**



Fonte: Kivevele; Huan, 2015.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Matéria-Prima

Para os ensaios experimentais foi utilizada a oleína do tucumã-do-pará (*Astrocaryum vulgare Mart.*), previamente obtida pelo fracionamento do óleo de tucumã (Figura 7). O fruto usado nessa preparação foi adquirido da Cooperativa D'Irituia, localizada em Irituia (PA, Brasil). Para preparo das micropartículas, foram usados como materiais de parede maltodextrina e amido modificado (CAPSUL®), ambos produzidos pela empresa Ingredion. Essa escolha foi feita com base no estudo de Silva-James e Castro et al. (2019), visto que obtiveram ótimos resultados de eficiência de encapsulamento do óleo de romã.

**Figura 7. Oleína de tucumã-do-Pará utilizada no experimento.**



Fonte: autoria própria.

### 4.2 *Spray Drying*

#### 4.2.1 Preparo da amostra

Para preparo da emulsão a ser alimentada no *spray dryer*, escolheu-se, com base na literatura e em dados já otimizados em pesquisas recentes do Laboratório de Lipídios e Derivados, uma proporção de 1:4 oleína:material de parede e uma concentração total de sólidos de 20% em massa. Com isso, foi obtida a proporção mássica descrita na Tabela 1.

**Tabela 1. Proporção mássica dos componentes na emulsão.**

Componente	Concentração mássica
Água	75%
CAPSUL®	14%
Maltodextrina	6%
Oleína de tucumã	5%

Fonte: autoria própria.

A operação do *spray dryer* foi realizada em triplicata de 300 g, sendo pesadas as respectivas massas de cada componente em uma balança analítica com quatro casas decimais. Inicialmente, foram homogeneizados os materiais de parede com água, em um homogeneizador de laboratório até uniformização da mistura. A seguir, adicionou-se a oleína e homogeneizou-se por cerca de 2 minutos. Com isso, obteve-se uma emulsão que foi transferida para o recipiente de alimentação do *spray dryer*, como mostrado na Figura 8.

**Figura 8. Emulsão preparada no homogeneizador de bancada (à esquerda) e emulsão no recipiente de alimentação do *spray dryer* (à direita).**

Fonte: autoria própria.

#### 4.2.2 Operação do *Spray Dryer*

Para a realização do experimento, foi utilizado um equipamento de *spray dryer* de escala laboratorial, modelo SD-06 da marca LabPlant (Figura 9). Este consiste em um equipamento de operação concorrente equipado com um ciclone para separação entre o produto seco e o ar úmido.

**Figura 9. *Spray Dryer* de escala laboratorial da marca LabPlant.**



Fonte: autoria própria.

Os parâmetros de operação do *spray dryer* foram escolhidos a partir do estudo conduzido por Maia (2021). Segundo esse autor, a vazão de alimentação da emulsão poderia atingir até 485 mL/h sem afetar significativamente a umidade do produto final. Dessa forma, escolheu-se essa vazão para que o experimento tivesse um menor tempo de operação, o que contribui para uma maior produtividade. Em relação à vazão de ar, notou-se que para temperaturas elevadas, seu impacto não é significativo, logo escolheu-se a menor vazão disponível, de 19,09 m<sup>3</sup>/h. Como ilustrado na Tabela 2, foram realizados experimentos em duas



temperaturas, 150 e 170 °C, a fim de determinar em qual condição se obtinha um produto com maior estabilidade oxidativa.

**Tabela 2. Planejamento experimental para operação do *spray drying*.**

Experimento	Vazão de emulsão	Vazão de água	Vazão de ar	Temperatura do ar
1	485 mL/h	363,75 mL/h	19,09 m <sup>3</sup> /h	150°C
2	485 mL/h	363,75 mL/h	19,09 m <sup>3</sup> /h	170°C

Fonte: autoria própria.

Os parâmetros foram ajustados no equipamento e foi necessário operar previamente com água destilada, por cerca de 10 minutos, para se atingir a temperatura de operação definida. A seguir, a emulsão foi alimentada na câmara de secagem sob agitação constante para garantir a uniformidade da mesma. O produto, contendo o pó recuperado no ciclone e parte do pó retido nas paredes do equipamento, foi pesado para avaliar a eficiência de secagem.

Após o fim do processo, calculou-se a quantidade de calor perdida na parede da câmara de secagem ( $Q_{parede}$ ). Para isso, realizou-se um balanço de energia a partir das entalpias de entrada e saída ( $\Delta H_{ent,i}; \Delta H_{sai,i}$ ) do sistema de secagem [Eq. 1]. Para esse cálculo, foram consideradas as hipóteses de que o sistema opera em estado estacionário, e que a variação de energia potencial e cinética, assim como o trabalho no interior do sistema são desprezíveis em relação aos demais termos do balanço.

$$\sum_i^m \Delta H_{ent,i} - \sum_j^n \Delta H_{sai,j} - Q_{parede} = 0 \quad [1]$$

### 4.3 Testes de umidade

A determinação da umidade do produto foi conduzida após cada batelada experimental de forma a avaliar tanto a eficiência do microencapsulamento quanto o teor de água previamente definido.

Para isso, foi utilizado o aparelho analisador de umidade ilustrado na Figura 10. Este contém uma balança e uma unidade de aquecimento, composto por um radiador infravermelho que aquece e seca a amostra. Uma balança acoplada ao analisador registra seu peso continuamente, até massa constante, indicando ao final o teor de umidade da amostra.

Todos os testes de umidade foram conduzidos em triplicata, pesando-se 1 g de amostra. O analisador de umidade indica um valor de porcentagem de massa seca, que é descontada de 100%, totalizando o valor da umidade. Foi considerada para cada amostra a média das triplicatas.

**Figura 10. Analisador de umidade da marca Sartorius.**



Fonte: autoria própria.

#### 4.4 Isotermas de sorção

Inicialmente, para determinação da isoterma de sorção, amostras do produto foram armazenadas em dessecadores contendo soluções saturadas de diferentes sais, simulando condições de umidade relativa do ambiente, além de um dessecador contendo água destilada, para fins de comparação. Na Tabela 3 estão detalhados os sais utilizados em cada dessecador, com seus respectivos valores de atividade de água.

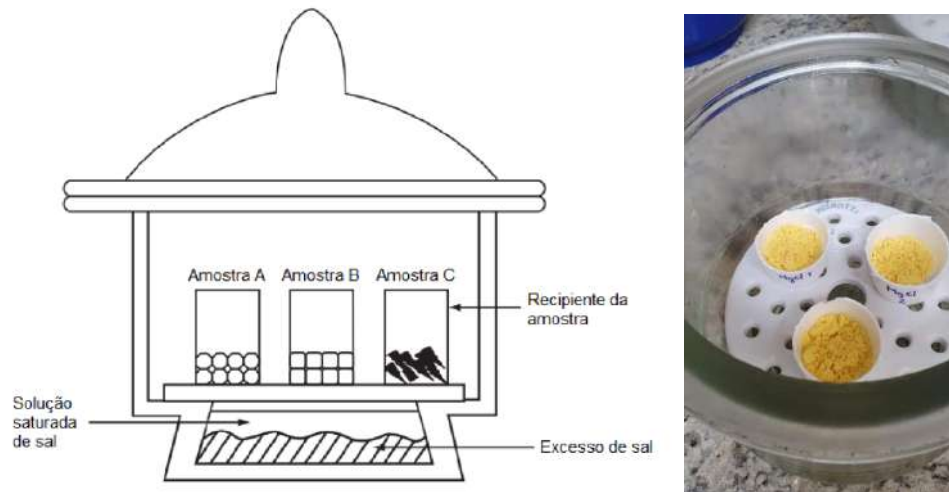
**Tabela 3. Atividades de água das soluções salinas supersaturadas.**

Sal	$a_w$ a 25°C
LiCl	0,093
MgCl <sub>2</sub>	0,327
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,438
NaCl	0,753
BaCl <sub>2</sub>	0,903
H <sub>2</sub> O pura	1,000

Fonte: autoria própria.

Em cada dessecador, foram colocados três recipientes de poliestireno expandido, cada um com 1 g de amostra, para realização de testes em triplicata. As massas das amostras foram registradas para cálculos posteriores. Na Figura 11 pode-se observar um esquema do dessecador (adaptado de RAHMAN, 2009) assim como uma foto de um dos dessecadores utilizados durante o experimento. No início todas as amostras continham a mesma umidade e a mesma aparência visual.

**Figura 11. Representação esquemática do dessecador com solução salina supersaturada (à esquerda) e foto de uma amostra no interior do dessecador (à direita).**



Fonte: adaptado de Rahman (2009); autoria própria.

Após uma semana, as amostras foram retiradas dos dessecadores e pesadas novamente, a fim de se calcular a umidade de equilíbrio em base seca ( $X_{eq}$ ) em cada condição. Esta pode ser calculada utilizando-se os valores de massa final de cada amostra e de massa da amostra seca, de acordo com a Equação 2. Os valores de massa seca foram encontrados com auxílio do analisador de umidade.

$$X_{eq} = \frac{\text{massa final} - \text{massa seca}}{\text{massa seca}} \quad [2]$$

Com os valores da atividade de água e da umidade de equilíbrio para cada amostra, plotou-se um gráfico de dispersão contendo todos esses pontos. A partir deste, define-se graficamente o valor de umidade na monocamada. Ajustou-se os dados experimentais ao modelo matemático de sorção proposto por Guggenheim, Anderson e de Bôer (GAB). Uma variedade de estudos, como o de Timmermann *et al.* (2001), demonstraram que o modelo GAB é o que melhor se ajusta para matrizes alimentícias e, portanto, esse foi o modelo utilizado.

O modelo de GAB foi desenvolvido ao extrapolar os conceitos de outros modelos matemáticos, resultando na Equação 3, que apresenta um bom ajuste para uma ampla faixa de atividades de água.

$$X_e = \frac{X_m * C * K * a_w}{(1 - K * a_w) * (1 - K * a_w + C * K * a_w)} \quad [3]$$

onde:

$X_e$  é a umidade do equilíbrio,  $X_m$  é a umidade na monocamada,  $a_w$  é a atividade de água e  $C$  ( $0 < C < \infty$ ) e  $K$  ( $0 < K < 1$ ) são constantes físicas relacionadas à interação entre as moléculas.

A partir dos dados de atividade de água, umidade de equilíbrio e umidade na monocamada, ajustou-se os pontos experimentais usando-se o algoritmo quase-Newton para solução de equações não lineares utilizando-se o software STATISTICA (v13.0). Com isso, obteve-se a isoterma de sorção para a oleína de tucumã microencapsulada, possibilitando a escolha de uma condição de umidade relativa do ar, adequada para manter a sua qualidade durante a estocagem.

Além disso, a massa de água absorvida pelo pó durante o armazenamento foi usada para cálculo da higroscopicidade da amostra na condição escolhida. A higroscopicidade foi expressa em g de água/100 g de sólidos secos.

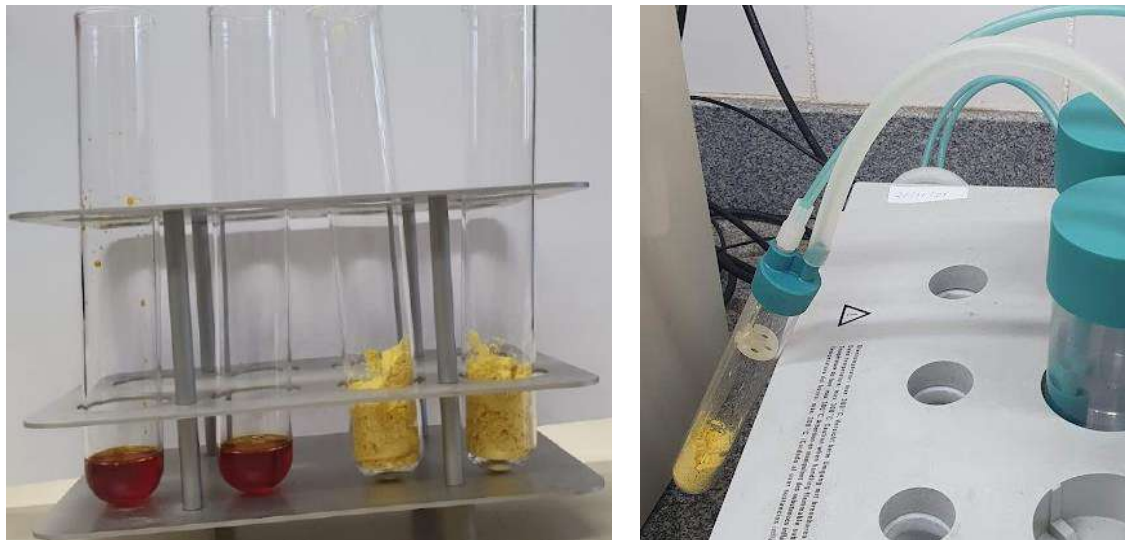
#### 4.5 Estabilidade oxidativa

Após análise da curva de sorção, as micropartículas foram armazenadas a 20 °C durante 60 dias na condição selecionada de atividade de água. Este procedimento teve por objetivo acompanhar a estabilidade oxidativa do produto durante estocagem por tempo prolongado. Para isso, inicialmente (no dia 0), foi realizada uma análise em Rancimat do tempo de indução da amostra encapsulada e da oleína. Posteriormente, foram realizados testes para avaliar a estabilidade oxidativa após um mês (dia 30) e dois meses (dia 60) da amostra microencapsulada armazenada no dessecador contendo NaCl ( $a_w = 0,75$ ). Também foi realizado um teste após 60

dias para uma amostra das micropartículas armazenadas nas mesmas condições de temperatura (20 °C) porém em ambiente sem controle de umidade.

São necessários três gramas de amostra para cada análise em Rancimat. As amostras foram colocadas em um tubo especial do aparelho (Figura 12), o qual foi aquecido a uma temperatura constante de 110 °C e vazão de ar de 10 L/h conforme normas padronizadas (AOCS cd 12b-92). As amostras (oleína e micropartículas) foram submetidas ao processo oxidativo com ar gerando voláteis que são transferidos para a água, aumentando sua condutividade elétrica. Com isso, obtém-se o tempo de indução para cada amostra. Estes dados permitem, simultaneamente, avaliar o efeito do tempo de armazenamento bem como a eficiência do microencapsulamento na retenção dos compostos bioativos. Estas análises foram conduzidas em duplicata.

**Figura 12. Amostras da oleína de tucumã encapsulada e não encapsulada (à esquerda) e montagem do tubo contendo a amostra no aparelho Rancimat (à direita).**



Fonte: autoria própria.

## 5. RESULTADOS

### 5.1 Condições operacionais

Na tabela 4 estão apresentados os valores obtidos para o teor de umidade e eficiência do processo a 150 °C e 170 °C. A eficiência de recuperação de sólidos foi calculada pela razão entre a vazão de água na alimentação e a vazão de água evaporada.

**Tabela 4. Resultados experimentais de eficiência e umidade.**

Ensaio	Temperatura (°C)	Vazão de água na emulsão (mL/h)	Vazão de água evaporada (mL/h)	Eficiência de secagem (%)	Umidade (%)
1	150	363,75	354,43	97	7,69 ± 0,39
2	170	363,75	356,63	98	5,87 ± 0,66

Fonte: autoria própria.

Como esperado, a menor umidade das micropartículas e, portanto, a maior eficiência do processo de secagem, foi obtida no ensaio 2, na temperatura do ar de 170 °C. Essa condição foi, então, escolhida e utilizada para os demais experimentos do trabalho. Os valores de umidade das micropartículas são similares a resultados típicos, reportados na literatura (3 a 17%). No presente trabalho, os valores obtidos foram inferiores ao limite recomendado na literatura para umidade do pó (máximo de 8%) (SILVA JAMES; CASTRO; FREITAS *et al.*, 2019; MAIA, 2021; ROCCIA; MARTINEZ; LLABOT *et al.*, 2014).

### 5.2 Balanço de energia

A partir do balanço de energia indicado na Equação 1, foi possível calcular o calor perdido pela parede da câmara de secagem. Os cálculos estão detalhados no Apêndice A desse trabalho, e indicaram que houve uma perda de calor de 525,88 kJ/h através da parede da câmara de secagem. Pela literatura, sabe-se que, quanto maior a vazão e temperatura do ar, maior é a perda de calor para o ambiente. Dessa forma, é um fator que sempre deve ser levado em consideração para otimização do consumo de energia do processo (SILVA-JAMES, 2018).

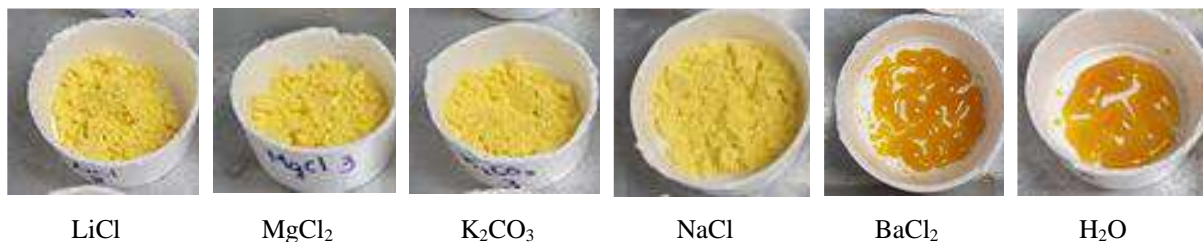
Além disso, também é relevante se avaliar a perda de calor por metro quadrado de parede. Calculando-se esse parâmetro, obteve-se um valor de 1712,96 KJ/(h.m<sup>2</sup>), que pode ser utilizado para avaliação de ampliação de escala desse processamento.

### 5.3 Isotermas de sorção

A partir dos dados de umidade das micropartículas em função da atividade de água, obtidos em triplicatas, calculou-se para cada condição o valor médio da umidade de equilíbrio das amostras.

A aparência das micropartículas para cada condição de estocagem pode ser visualizada na Figura 13.

**Figura 13. Aparência das amostras de oleína de tucumã microencapsulada.**



Fonte: autoria própria.

É possível observar visualmente que as amostras de BaCl<sub>2</sub> e H<sub>2</sub>O são as que possuem maior umidade, mudando a intensidade da cor e a consistência da amostra, o que se deduz que essas condições de umidade relativa, respectivamente 0,90 e 1,00, são inadequadas para transporte e armazenamento do produto.

Os valores médios de umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) foram plotados em função da atividade de água ( $a_w$ ) como se pode visualizar na Figura 14. Analisando-se esse gráfico, selecionou-se o segundo ponto ( $a_w = 0,327$  e  $X_{eq} = 0,1034$ ) para representar a umidade na monocamada. Pode-se observar que a partir deste ponto a umidade de equilíbrio cresce exponencialmente. Conhecendo-se o valor deste parâmetro, foi possível realizar um ajuste não-



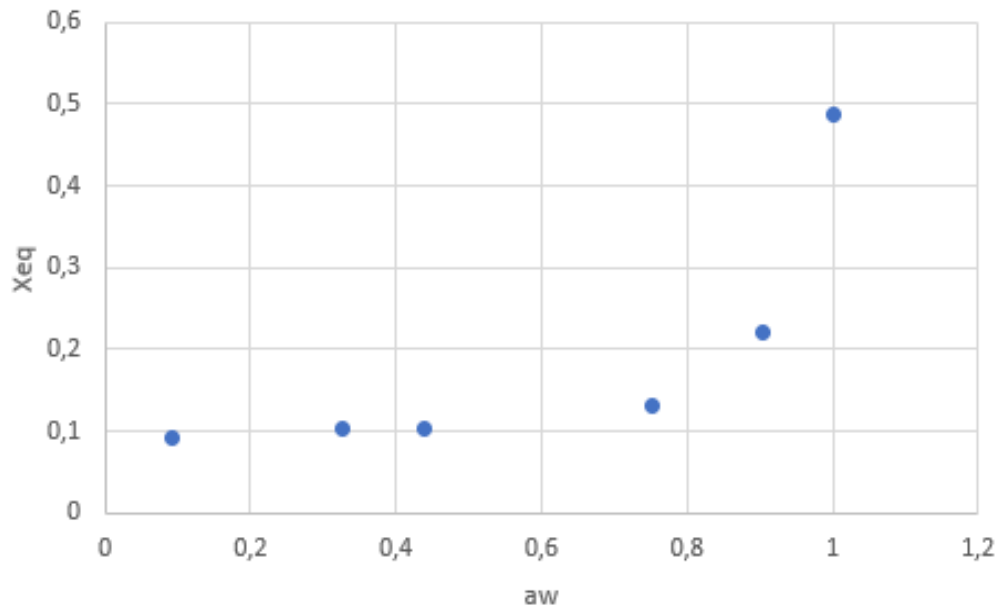
linear dos dados experimentais ao modelo de GAB (Eq. 3, p.34) e determinar os demais parâmetros do modelo (C e k) [Eq. 4].

**Tabela 5. Massas das amostras e umidade de equilíbrio ( $X_{eq}$ ) após uma semana mantidas em dessecadores contendo diferentes soluções salinas supersaturadas.**

	$a_w$	Massa início (g)	Massa final (g)	Massa seca (g)	$X_{eq}$	$X_{eq}$ (média $\pm$ desvio padrão)
LiCl	0,093	1	1,0080	1,0109	0,9240	0,0940
		2	1,0349	1,0389	0,9510	0,0924
		3	1,0066	1,0098	0,9250	0,0917
MgCl <sub>2</sub>	0,327	1	1,0069	1,0193	0,9245	0,1025
		2	1,0219	1,0354	0,9383	0,1035
		3	1,0080	1,0218	0,9255	0,1040
K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	0,438	1	1,0138	1,0248	0,9308	0,1009
		2	1,0324	1,0453	0,9479	0,1027
		3	1,0000	1,0122	0,9182	0,1024
NaCl	0,753	1	1,0177	1,0567	0,9344	0,1308
		2	1,0119	1,0509	0,9291	0,1311
		3	1,0075	1,0467	0,9251	0,1315
BaCl <sub>2</sub>	0,903	1	1,0021	1,1248	0,9201	0,2225
		2	1,0152	1,1391	0,9321	0,2220
		3	1,0074	1,1299	0,9250	0,2216
H <sub>2</sub> O	1,00	1	1,0099	1,3797	0,9273	0,487921
		2	1,0152	1,3892	0,9321	0,490345
		3	1,0158	1,3841	0,9327	0,483996

Fonte: autoria própria.

**Figura 14. Gráfico de umidade de equilíbrio versus atividade de água de cada amostra.**



Fonte: autoria própria.

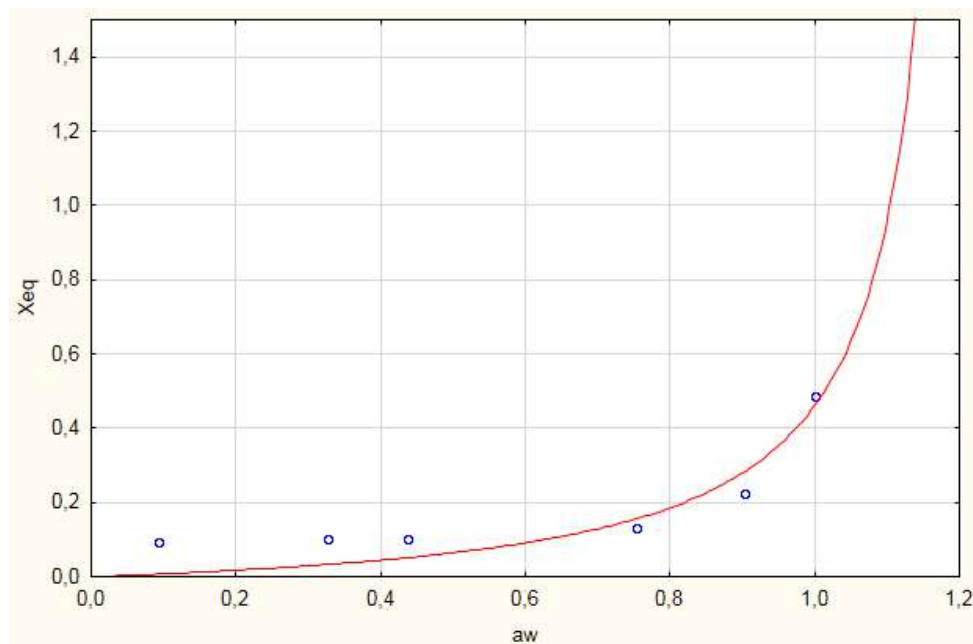
$$X_e = \frac{0,1034 * C * K * a_w}{(1 - K * a_w)(1 - K * a_w + C * K * a_w)} \quad [4]$$

Após o ajuste, foram obtidos os parâmetros C e K a partir dos quais foi plotada a curva de sorção conforme ilustrada na Figura 15. O valor de K (0,8) do modelo de GAB foi compatível com valores reportados na literatura para óleos microencapsulados. Bastioglu *et al.* (2017) e Adamiec (2009) encontraram valores entre 0,8 e 1,0 para K. Já o valor de C foi inferior aos valores típicos reportados na literatura (BASTIOĞLU *et al.*, 2017; ADAMIEC, 2009). Isto significa que o ponto de inflexão da curva de sorção, obtido no presente trabalho, é mais afastado da umidade na monocamada, característico de materiais com baixa higroscopicidade. Os parâmetros obtidos, assim como os dados estatísticos ( $R^2$  e valor F), estão apresentados na Tabela 6.

**Tabela 6. Parâmetros de ajuste dos dados experimentais ao modelo GAB.**

Parâmetro	Valor
C	0,827
K	0,822
R <sup>2</sup>	0,831
Valor F	31,65

Fonte: autoria própria, dados obtidos do software STATISTICA.

**Figura 15. Ajuste não-linear aos dados de umidade do equilíbrio e atividade de água utilizando-se o programa STATISTICA.**

Fonte: gerado no software STATISTICA.

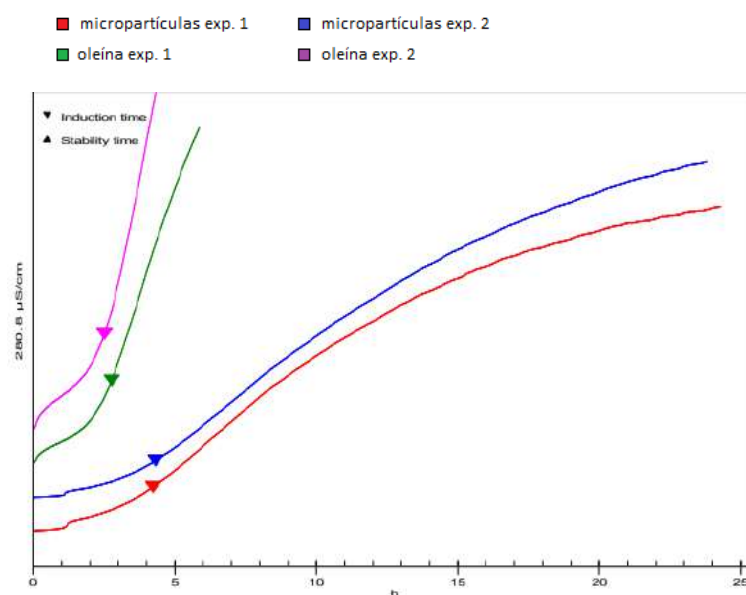
A partir da curva de ajuste foi possível observar que até um valor de atividade de água igual a 0,753, não ocorre um crescimento acentuado no valor da umidade de equilíbrio da amostra. Esse valor é similar às condições naturais de umidade relativa do ar do Brasil, que apresenta uma média anual de 0,746 (INMET, 2022). Devido a esse fato, o estudo da estabilidade oxidativa das micropartículas foi avaliado usando-se a solução salina com NaCl ( $a_w = 75,3\%$ ). Nesta condição, obteve-se uma higroscopicidade média de  $4,20 \pm 0,03\%$ . Este

resultado, bastante inferior aos valores reportados na literatura, indica uma alta eficiência do processo de microencapsulamento do óleo. Quanto menor a higroscopicidade do pó, maior é a proteção dos compostos bioativos presente no núcleo. Dados reportados para a higroscopicidade de óleos microencapsulados, armazenados com soluções saturadas de NaCl, variam entre 11 e 18% (PEREYRA-CASTRO *et al.*, 2018; FERNANDES *et al.*, 2013; CARMONA *et al.*, 2018). Como reportado acima, o valor do parâmetro C do modelo de GAB também revelou a baixa higroscopicidade das micropartículas.

#### 5.4 Estabilidade Oxidativa

Como se pode observar na curva da Figura 16, o teste de estabilidade oxidativa fornece uma curva de aumento da condutividade, que indica a evolução da oxidação da amostra. A partir desta curva, o programa acoplado ao Rancimat fornece o tempo de indução da amostra. Comparando-se os dados obtidos no dia 0 para uma amostra de oleína e das micropartículas encapsuladas, foi possível analisar a efetividade do processo de microencapsulamento na estabilidade oxidativa dos componentes do núcleo.

**Figura 16. Curva de condutividade para análise de estabilidade oxidativa das amostras de oleína (curvas roxa e verde) e das micropartículas da oleína (curvas azul e vermelha).**



Fonte: gerado no software do equipamento Rancimat.

Na Tabela 7 estão apresentados os resultados de umidade e tempo de indução em todas as condições analisadas. Pode-se observar que a oleína e as micropartículas apresentaram tempo de indução médio de 2,64 h e 4,28 h, respectivamente. Portanto, o microencapsulamento promoveu um aumento de 65,4% na estabilidade oxidativa do pó, o que confirma a eficiência do processo na proteção do núcleo contra as reações oxidativas. Este resultado foi superior se comparado com dados reportados por Silva-James, Nogueira & Freitas (2018). Estes autores reportaram um aumento de 42% no tempo de indução após microencapsulamento do óleo de romã em condições operacionais similares às utilizadas no presente trabalho. Adicionalmente, pode-se constatar que não houve diferença significativa no tempo de indução quando a umidade do ar não foi controlada durante o armazenamento. Isto ocorre devido à baixa higroscopicidade das micropartículas obtidas no presente trabalho. As curvas de tempo de indução para todos os ensaios podem ser visualizadas no Apêndice B.

Resultados reportados por Santos; Rubio; Balieiro *et al.* (2021) para estabilidade do óleo de tucumã microencapsulado entre 200 e 300 °C variou de 4,55 a 4,74 h, resultados similares ao obtido no presente trabalho para a oleína de tucumã (4,28 h) microencapsulada a 170 °C.

Pode-se observar que, após 30 dias de armazenamento, o tempo de indução médio para a amostra de oleína de tucumã microencapsulada reduziu para 2,91 h, uma redução percentual de 32,6%. Entretanto, este valor é ainda superior ao tempo de indução da oleína não encapsulada (2,64 h) no primeiro dia dos ensaios. Somente após 60 dias de armazenamento, a estabilidade oxidativa do pó foi inferior ao da oleína no dia 0, tempo de indução de 1,99 h e 2,64 h, respectivamente.

**Tabela 7. Tempos de indução (média  $\pm$  desvio padrão) para a oleína de tucumã e para as micropartículas em diferentes condições e tempos de armazenamento.**

Amostra	Tempo de indução (h)	Umidade (%)
Oleína – dia 0	2,64 $\pm$ 0,18	-
Micropartículas armazenadas a 20 °C e $a_w = 0,75$		
dia 0	4,28 $\pm$ 0,06 <sup>a</sup>	7,14 $\pm$ 0,19 <sup>a</sup>
dia 30	2,91 $\pm$ 0,08 <sup>b</sup>	7,91 $\pm$ 0,58 <sup>b</sup>
dia 60	1,99 $\pm$ 0,01 <sup>c</sup>	7,89 $\pm$ 0,38 <sup>b</sup>
Micropartícula a 20 °C sem controle de umidade – dia 60	2,04 $\pm$ 0,17 <sup>c</sup>	-

Valores na mesma coluna com letras iguais indica que não há diferença significativa ( $p < 0,05$ )

Fonte: autoria própria.

Os valores de umidade obtidos após 2 meses de armazenamento (tabela 7) foram inferiores a 8%, indicando que, na condição em que foi estocado (20 °C e  $a_w = 0,75$ ), o pó não absorveu uma quantidade significativa de água. Como esperado, isto ocorre devido à sua baixa higroscopicidade e confirma a eficiência do microencapsulamento.

## 6. CONCLUSÕES

A curva de sorção indicou um limite máximo de umidade relativa do ar, de aproximadamente 75%, para evitar degradação do pó microencapsulado durante o armazenamento. A baixa higroscopicidade das micropartículas, armazenadas a 20 °C com e sem controle de umidade, indica a eficiência do microencapsulamento para a proteção do núcleo.

É possível concluir que o microencapsulamento por *spray dryer*, utilizando-se como material de parede maltodextrina e amido modificado (Capsul ©), promoveu um aumento na estabilidade oxidativa da fração oleína do óleo de tucumã-do-Pará.

Dessa forma, pode-se afirmar que o microencapsulamento por *spray dryer* é uma técnica adequada para preservar a estabilidade oxidativa dos compostos bioativos da oleína de tucumã, potencializando sua utilização nas indústrias alimentícia e cosmética.

## **7. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Avaliar a granulometria, a morfologia das micropartículas geradas e a eficiência do encapsulamento, a partir de uma análise de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV);
- Avaliar o efeito de diferentes matérias de parede na estabilidade do pó microencapsulado;
- Analisar o teor de carotenoides antes e após processo de microencapsulamento em diferentes temperaturas, a fim de se definir um limite de temperatura que possa garantir a preservação desses compostos.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADAMIEC, J. **Moisture Sorption Characteristics of Peppermint Oil Microencapsulated by Spray Drying**. *Drying Technology*, v. 27, n. 12, p. 1363-1369, 2009.

ALMEIDA, Alex Fernando De; SANTOS, Claudia Cristina Auler Do Amaral. **Frutos Amazônicos: Biotecnologia E Sustentabilidade**. 1. ed. [s.l.]: EDUFT, 2020.

ANTONIASSI, R. **Métodos De Avaliação Da Estabilidade Oxidativa De Óleos E Gorduras**. *Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos*, v. 19, n. 2, 2001.

ARSHADY, R. **Microcapsules for food**. *Journal of Microencapsulation*, v. 10, n. 4, p. 413-435, 1993.

BARROSO, Ana Karina Mauro; PIERUCCI, Anna Paola Trindade Rocha; FREITAS, Suely Pereira et al. **Oxidative stability and sensory evaluation of microencapsulated flaxseed oil**. *Journal of Microencapsulation*, v. 31, n. 2, p. 193-201, 2013.

BASTIÖĞLU, Asli Zongur; KOÇ, Mehmet; ERTEKIN, Figen Kaymak. **Moisture sorption isotherm of microencapsulated extra virgin olive oil by spray drying**. *Journal of Food Measurement and Characterization*, v. 11, n. 3, p. 1295-1305, 2017.

BAŞYIĞIT, Bülent; SAĞLAM, Hidayet; KANDEMİR, Şifanur et al. **Microencapsulation of sour cherry oil by spray drying: Evaluation of physical morphology, thermal properties, storage stability, and antimicrobial activity**. *Powder Technology*, v. 364, p. 654-663, 2020.

BERTOLINI, A. C.; SIANI, A. C.; GROSSO, C. R. F. **Stability of Monoterpenes Encapsulated in Gum Arabic by Spray-Drying**. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, v. 49, n. 2, p. 780-785, 2001.

BEZERRA, Carolina Vieira; RODRIGUES, Antonio Manoel Da Cruz; DE OLIVEIRA, Pedro Danilo et al. **Technological properties of amazonian oils and fats and their applications in the food industry**. *Food Chemistry*, v. 221, p. 1466-1473, 2017.

UNESCO. **Biodiversidade no Brasil**. Disponível em: <<https://pt.unesco.org/fieldoffice/brasil/expertise/biodiversity-brazil>>. Acesso em 16 out. 2022.



BONY, Emilie; BOUDARD, Frédéric; BRAT, Pierre et al. **Awara (*Astrocaryum vulgare* M.) pulp oil: Chemical characterization, and anti-inflammatory properties in a mice model of endotoxic shock and a rat model of pulmonary inflammation.** *Fitoterapia*, v. 83, n. 1, p. 33-43, 2012.

BORA, P. S.; NARAIN, N.; ROCHA, R. V. M. et al. **Characterisation of the oil and protein fractions of tucuma (*astrocaryum vulgare* mart.) Fruit pulp and seed kernel.** *Ciencia y Tecnologia Alimentaria*, v. 3, n. 2, p. 111-116, 2001.

CARMONA, Paula Andrea Osorio; GARCIA, Lorena Costa; RIBEIRO, José Antônio De Aquino et al. **Effect of Solids Content and Spray-Drying Operating Conditions on the Carotenoids Microencapsulation from Pressed Palm Fiber Oil Extracted with Supercritical CO<sub>2</sub>.** *Food and Bioprocess Technology*, v. 11, n. 9, p. 1703-1718, 2018.

CASTEJÓN, Natalia; LUNA, Pilar; SEÑORÁNS, F. Javier. **Microencapsulation by spray drying of omega-3 lipids extracted from oilseeds and microalgae: Effect on polyunsaturated fatty acid composition.** *LWT*, v. 148, p. 111789, 2021.

CELESTINO, Sonia Maria Costa. **Princípios de Secagem de Alimentos.** 1. ed. [s.l.]: Embrapa, 2010.

CHAVES, J. M.; PECHNIK, E. **Tucumã (*Astrocaryum vulgare* Mart.).** *Rev. Quím. Ind.*, v. 16, n. 5, p. 184-191, 1987.

COPADO, Claudia N.; JULIO, Luciana M.; DIEHL, Bernd W.K. et al. **Multilayer microencapsulation of chia seed oil by spray-drying using electrostatic deposition technology.** *LWT*, v. 152, p. 112206, 2021.

DIDONET, Adriano Amir; FERRAZ, Isolde Dorothea Kossmann. **O comércio de frutos de tucumã (*Astrocaryum aculeatum* G. Mey - Areceaceae) nas feiras de Manaus (Amazonas, Brasil).**

DZIEZAK, J. D. **Microencapsulation and Encapsulation Ingredients.** *Food Technology*, v. 2, n. 4, p. 136-151, 1988.

ENGEL, Bruno. **Emprego de Spray Dryer na indústria de alimentos: uma breve revisão.** *Revista Jovens Pesquisadores*, v. 7, n. 2, p. 02, 2017.

FERNANDES, Regiane Victória De Barros; BORGES, Soraia Vilela; BOTREL, Diego Alvarenga. **Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties.** *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 33, p. 171-178, 2013.

FERREIRA, Ederlan De Souza; LUCIEN, Vitória Georgina; AMARAL, André Siqueira et al. **Caracterização Físico-Química Do Fruto E Do Óleo Extraído De Tucumã (*Astrocaryum Vulgare Mart*).** *Alim. Nutr.*, v. 19, n. 4, p. 427-433, 2008.

FOUST, Alan Shivers; WENZEL, Leonard A.; CLUMP, Curtis W. et al. **Princípios das operações unitárias.** 2. ed. [s.l.]: Ed. Guanabara Dois, 1982.

GHARSALLAOUI, Adem; ROUDAUT, Gaëlle; CHAMBIN, Odile et al. **Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview.** *Food Research International*, v. 40, n. 9, p. 1107-1121, 2007.

GRIFFIN, William C. **Solid essential oil concentrate and process of preparing the same.**

KANAKDANDE, Dattanand; BHOSALE, Rajesh; SINGHAL, Rekha S. **Stability of cumin oleoresin microencapsulated in different combination of gum arabic, maltodextrin and modified starch.** *Carbohydrate Polymers*, v. 67, n. 4, p. 536-541, 2007.

KESHANI, Samaneh; DAUD, Wan Ramli Wan; NOUROUZI, M. M. et al. **Spray drying: An overview on wall deposition, process and modeling.** *Journal of Food Engineering*, v. 146, p. 152-162, 2015.

KIVEVELE, Thomas; HUAN, Zhongjie. **Review of the stability of biodiesel produced from less common vegetable oils of African origin.** *South African Journal of Science*, v. 111, n. 9/10, p. 7, 2015.

KRISHNAN, S.; BHOSALE, R.; SINGHAL, R. **Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials.** *Carbohydrate Polymers*, v. 61, n. 1, p. 95-102, 2005.

MAIA, Eduardo Branco Vieira. **Microencapsulamento De Óleos Vegetais Em Spray-Dryer: Modelagem E Simulação.** Mestrado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2021.

MATHIAS, Caroline De Souza. **Estudo Químico E Atividades Biológicas Dos Frutos De Tucumã (*Astrocaryum Aculeatum Meyer*)**. Mestrado, Universidade Federal do Amazonas, 2014.

MASZEWSKA, M.; FLOROWSKA, A.; DLUZEWSKA, E. et al. **Oxidative stability of selected Edible oils**, *Molecules*, 23(7), p. 1746, 2018.

MEIJAARD, Erik; BROOKS, Thomas M.; CARLSON, Kimberly M. et al. **The environmental impacts of palm oil in context**. *Nature Plants*, v. 6, n. 12, p. 1418-1426, 2020.

MORAIS, Luiz Roberto Barbosa; GUTJAHR, Ekkehard. **Química de oleaginosas**. Brasília, DF: GTZ, 2012.

MOTA, Daniel Santos. **Refinação de óleos vegetais e fracionamento contínuo de óleo de Palma**. Mestrado, Instituto Politécnico de Coimbra, 2016.

INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA – INMET. **Normais Climatológicas Do Brasil**. Disponível em: <<https://portal.inmet.gov.br/normais>>. Acesso em: 16 out. 2022.

PEREYRA-CASTRO, S.C.; ALAMILLA-BELTRÁN, L.; VILLALOBOS-CASTILLEJOS, F. et al. **Microfluidization and atomization pressure during microencapsulation process: Microstructure, hygroscopicity, dissolution and flow properties**. *LWT*, v. 96, p. 378-385, 2018.

POSHADRI, A.; KUNA, Aparna. **Microencapsulation Technology: A Review**. 2010.

RAHMAN, S. **Food Properties Handbook**. 2 ed. ed. Nova York: CRC Press, 2009.

RASCHEN, Matheus Rafael; LUCION, Fernanda Bortoluzzi; CICHOSKI, Alexandre José et al. **Determinação do teor de umidade em grãos empregando radiação micro-ondas**. *Ciência Rural*, v. 44, n. 5, p. 925-930, 2014.

ROCCIA, Paola; MARTÍNEZ, Marcela L.; LLABOT, Juan M. et al. **Influence of spray-drying operating conditions on sunflower oil powder qualities**. *Powder Technology*, v. 254, p. 307-313, 2014.

SANTOS, Mary De Fátima Guedes Dos. **Qualidade E Potencial Funcional Da Porção Comestível E Do Óleo De Frutos De Palmeiras Nativas Oriundas Do Amapá**. Doutorado, Universidade Federal da Paraíba, 2012.

SANTOS, Mary De Fátima Guedes Dos; ALVES, Ricardo Elesbão; BRITO, Edy Sousa De et al. **Quality Characteristic Of Fruits And Oils Of Palms Native To The Brazilian Amazon**. Revista Brasileira de Fruticultura, v. 39, n. spe, 2017.

SANTOS, Mirelly Marques Romeiro; FERNANDES, Dayane Stéphanie; CÂNDIDO, Camila Jordão et al. **Physical-chemical, nutritional and antioxidant properties of tucumã (*Astrocaryum huaimi* Mart.) fruits**. Semina: Ciências Agrárias, v. 39, n. 4, p. 1517, 2018.

SANTOS, Priscila Dayane De Freitas; RUBIO, Fernanda Thaís Vieira; BALIEIRO, Júlio César De Carvalho et al. **Application of spray drying for production of microparticles containing the carotenoid-rich tucumã oil (*Astrocaryum vulgare* Mart.)**. LWT, v. 143, p. 111106, 2021.

SHAHIDI, Fereidoon; HAN, Xiao-Qing. **Encapsulation of food ingredients**. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, v. 33, n. 6, p. 501-547, 1993.

SILVA-JAMES, Nina K.; NOGUEIRA, Regina I.; FREITAS, Suely P. **Blending of pressed vegetable oils from pomegranate seeds and soybean to increase functional lipids consume**. Journal of Analytical & Pharmaceutical Research, v. 7, n. 3, 2018.

SILVA-JAMES, Nina Katia; CASTRO, Luiz Paulo Sousa; FREITAS, Suely Pereira et al. **Increasing energy efficiency in microencapsulation of soybean oil by spray drying**. Brazilian Journal of Development, v. 5, n. 7, p. 8082-8095, 2019.

SILVA-JAMES, Nina K. **Estabilização De Óleos Vegetais Poli-Insaturados (*Punica Granatum* e *Glicine Max*) Por Microencapsulamento Em Spray Dryer**. Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2018.

SILVA, Rafael Siqueira Da. **Obtenção das isotermas de sorção das farinhas das cascas de jaboticaba (*Plinia cauliflora*), jambo (*Syzygium malaccense*) e jamelão (*Syzygium cumini*)**. Graduação, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2017.

SIMÕES, Dayane Lorraine Vale. **Composição Nutricional E Elaboração Do Biscoito E Da Barra De Cereal Do Fruto De Tucumã (*Astrocaryum Vulgare* Mart.)**. Mestrado, Universidade Nova de Lisboa, 2010.

SINGH, Tainara Costa. **Avaliação Dos Parâmetros Físico-Químicos E Estabilidade De Compostos Bioativos Em Óleos De Polpa E Amêndoa De Frutos Amazônicos.** Doutorado, Universidade Estadual Paulista, 2015.

SOSNIK, Alejandro; SEREMETA, Katia P. **Advantages and challenges of the spray-drying technology for the production of pure drug particles and drug-loaded polymeric carriers.** *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 223, p. 40-54, 2015.

TAMIME, A. Y. **Dairy powders and concentrated products.** Chichester: Wiley-Blackwell, 2009.

TIMMERMANN, E.O.; CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H.A. **Water sorption isotherms of foods and foodstuffs: BET or GAB parameters.** *Journal of Food Engineering*, v. 48, n. 1, p. 19-31, 2001.

VIEIRA, Thais Maria Ferreira De Souza. **Estabilidade Oxidativa de Óleos Vegetais Refinados: Efeito do Aquecimento por Microondas.** Mestrado, Universidade de São Paulo, 1998.

ZBICINSKI, Ireneusz. **Modeling and Scaling Up of Industrial Spray Dryers: A Review.** *Journal of Chemical Engineering of Japan*, v. 50, n. 10, p. 757-767, 2017.

ZEYMER, Juliana Soares. **Equilíbrio Higroscópico E Análise Termodinâmica Da Sorção De Água Em Grãos De Arroz Em Casca.** Pós-Graduação, Universidade Federal de Viçosa, 2017.

## APÊNDICE A – Cálculo do calor perdido na parede da câmara de secagem

O balanço de energia para o sistema foi calculado incluindo-se uma perda de energia através das paredes da câmara (Eq. 1).

$$\sum_i^m \Delta H_{ent,i} - \sum_j^n \Delta H_{sai,j} - Q_{parede} = 0 \quad [1]$$

As correntes de entrada são o ar e a emulsão e as correntes de saída são ar e produto seco. Logo a equação 1 pode ser reescrita:

$$\Delta H_{ent,ar} + \Delta H_{ent,emu} = \Delta H_{sai,ar} + \Delta H_{sai,prod} + Q_{parede} \quad [1a]$$

Considerou-se  $T_{ref}$  como a temperatura de saída do ar, ou seja, 71,4 °C. Para cálculo da entalpia do ar, considerou-se que este se comporta como um gás ideal ou seja:

$$\Delta H_{ent,ar} = \Delta H_{ent,g} + \Delta H_{ent,vapor}$$

$$\begin{aligned} \Delta H_{ent,g} &= vazão\ ar \times \rho_{ar} \times Cp_{ar} \times \Delta T \\ &= 19,09\ m^3/h \times 0,797\ kg/m^3 \times 0,2435\ kcal/kg \cdot ^\circ C \times 4,18\ kJ/kcal \times (170 \\ &\quad - 71,4)\ ^\circ C = 1526,92\ kJ/h \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \Delta H_{ent,vap} &= vazão\ ar \times \rho_{ar} \times umidade_{ar,in} \times \lambda\ (170) \\ &= 19,09\ m^3/h \times 0,797\ kg/m^3 \times 0,012\ kg/kg \times 489,35\ kcal/kg \times 4,18\ kJ/kcal \\ &= 373,46\ kJ/h \end{aligned}$$

$$\Delta H_{ent,ar} = 1526,92 + 373,46 = 1900,38\ kJ/h$$

Considerando-se os valores da densidade e capacidade calorífica da emulsão iguais ao da água e temperatura de alimentação da emulsão igual a  $20 \pm 1\ ^\circ C$

$$\begin{aligned}
\Delta H_{ent,emu} &= \text{vazão emulsao} \times \rho_{agua} \times Cp_{agua} \times (T_{emu} - T_{ref}) \\
&= \frac{485 \text{ ml}}{h} \times \frac{0,9982 \text{ g}}{\text{ml}} \times \frac{1}{1000} \frac{\text{kg}}{\text{g}} \times \frac{0,9968 \text{ kcal}}{\text{kg} \times ^\circ\text{C}} \times 4,18 \frac{\text{kJ}}{\text{kcal}} \times (20 - 71,4)^\circ\text{C} \\
&= -103,68 \text{ kJ/h}
\end{aligned}$$

$$\Delta H_{sai,ar} = \Delta H_{sai,g} + \Delta H_{sai,vap}$$

$$\Delta H_{sai,g} = \text{vazão ar} \times \rho_{ar} \times Cp_{ar} \times (T_{sai,ar} - T_{ref}) = 0$$

*umidade*<sub>ar,out</sub>

$$= \frac{\text{vazão ar} \times \rho_{ar} \times \text{umidade}_{ar,in} + \text{vazão emulsao} \times \rho_{agua} \times \%_{agua,emulsao}}{\text{vazão ar} \times \rho_{ar}}$$

$$\begin{aligned}
&= \frac{19,09 \text{ m}^3/\text{h} \times 0,797 \text{ kg}/\text{m}^3 \times 0,012 \text{ kg}/\text{kg} + 485 \text{ ml}/\text{h} \times 1 \text{ g}/\text{ml} \times 0,75 \text{ ml agua}/\text{ml emuls} \times 1/1000}{19,09 \text{ m}^3/\text{h} \times 1,0258 \text{ kg}/\text{m}^3} \\
&= 0,0279 \text{ kg vap}/\text{kg ar}
\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
\Delta H_{sai,vap} &= \text{vazão ar} \times \rho_{ar} \times \text{umidade}_{ar,out} \times \lambda (71,4) \\
&= 19,09 \text{ m}^3/\text{h} \times 1,0258 \text{ kg}/\text{m}^3 \times 0,0279 \text{ kg}/\text{kg} \times 556,46 \text{ kcal}/\text{kg} \times 4,18 \text{ kJ}/\text{kcal} = 1270,82 \text{ kJ/h}
\end{aligned}$$

$$\Delta H_{sai,prod} = \text{vazão prod} \times \rho_{prod} \times Cp_{prod} \times (T_{sai,prod} - T_{ref}) = 0$$

$$\Delta H_{ent,ar} + \Delta H_{ent,emu} = \Delta H_{sai,ar} + \Delta H_{sai,prod} + Q_{parede}$$

$$1900,38 - 103,68 = 1270,82 + 0 + Q_{parede}$$

$$Q_{parede} = 1900,38 - 103,68 - 1270,82 = 525,88 \text{ kJ/h}$$

Sabendo-se as dimensões da câmara de secagem (H=0,347m; D=0,215m), pode-se calcular a área da parede da câmara, por onde ocorreu a perda de calor. Aproximando a câmara como um cilindro perfeito:

$$A_{parede} = 2 \times \pi \times \frac{D}{2} \times H + 2 \times \pi \times \left(\frac{D}{2}\right)^2 = 0,307 \text{ m}^2$$

Com isso, calcula-se a perda de calor por área de parede:

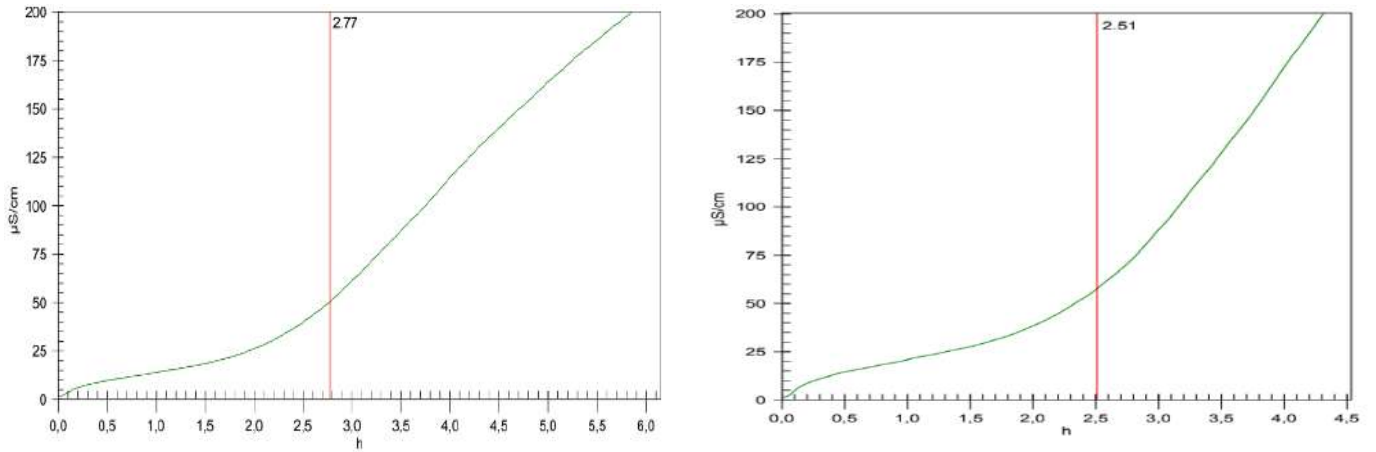
$$Q_{parede}' = \frac{Q_{parede}}{A_{parede}} = 1712,96 \frac{KJ}{h \times m^2}$$

**Tabela A.1. Lista de variáveis**

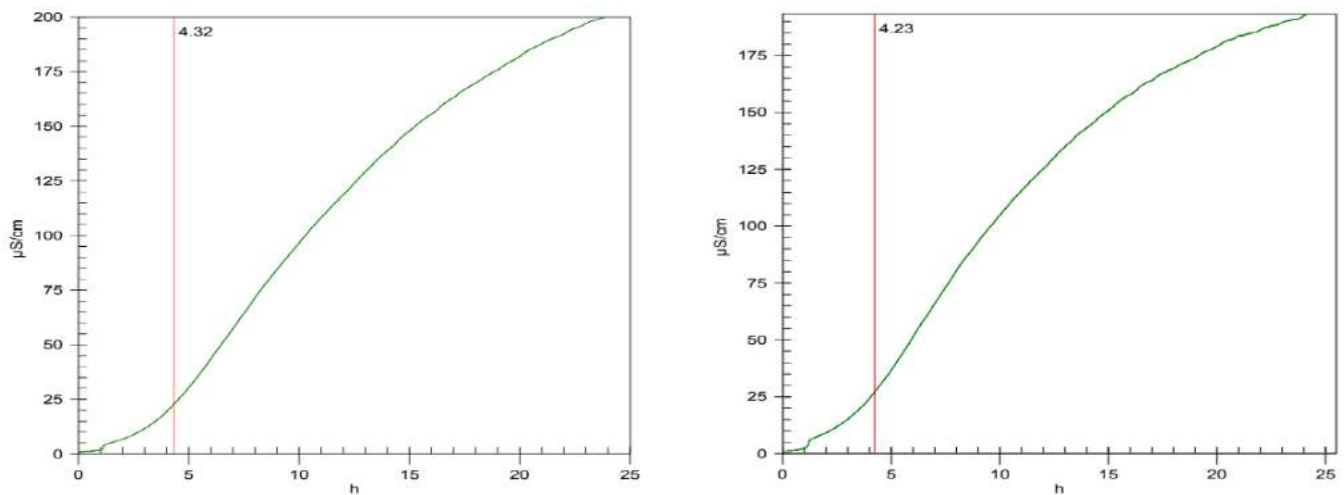
$\Delta H$	Varição de entalpia
Q	Calor perdido nas paredes
T	Temperatura
T <sub>ref</sub>	Temperatura de referência (saída do ar)
$\Delta T$	Varição de temperatura
c <sub>p</sub>	Capacidade calorífica
$\rho$	Densidade
$\lambda$	Calor latente
% <sub>agua</sub>	Porcentagem de água
emu	Subescrito para emulsão de alimentação
prod	Subescrito para produto final
g	Subescrito para ar seco

Fonte: autoria própria.



**APÊNDICE B – Curvas de tempo de indução em Rancimat****Figura B.1 – Duplicata de análise da oleína de tucumã no dia 0 (tempos de indução de 2,77 h e 2,51 h).**

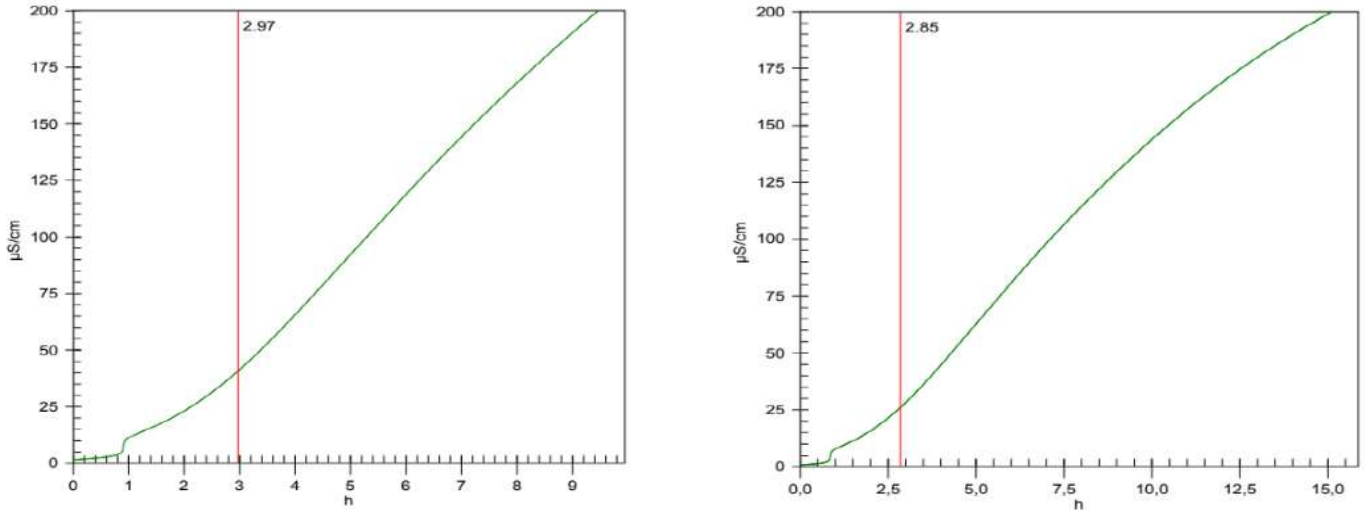
Fonte: gerados no software do equipamento Rancimat.

**Figura B.2 – Duplicata de análise da oleína de tucumã microencapsulada no dia 0 (tempos de indução de 4,32 h e 4,23 h).**

Fonte: gerados no software do equipamento Rancimat.

**Figura B.3 – Duplicata de análise da oleína de tucumã microencapsulada após armazenamento por 30 dias em dessecador de NaCl (tempos de indução de 2,97 h e 2,85**

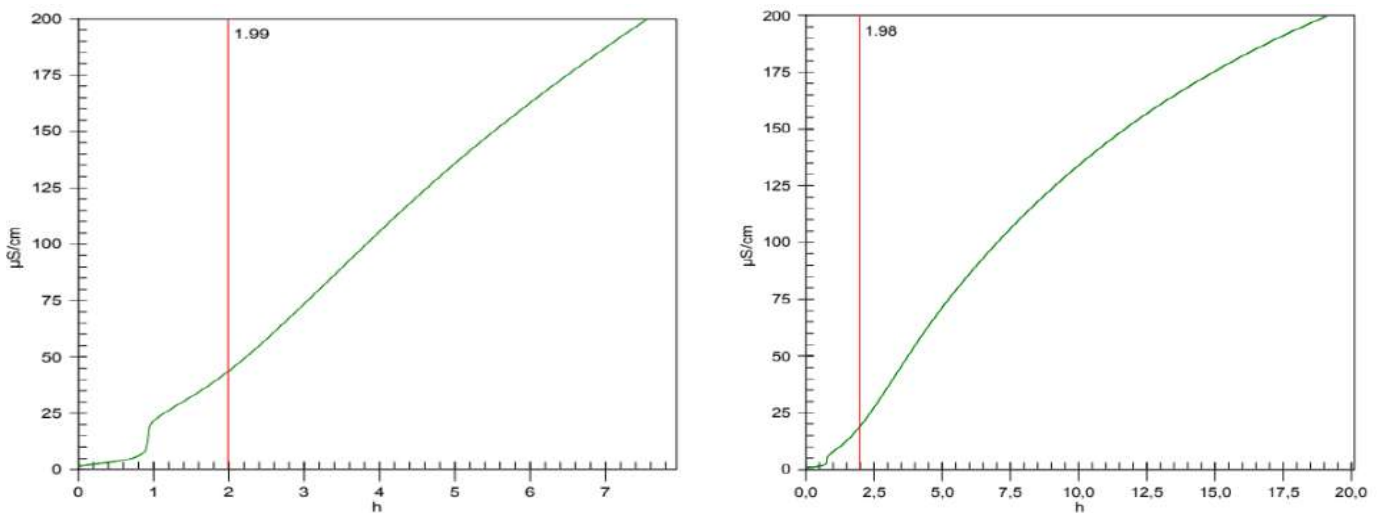
**h.)**



Fonte: gerados no software do equipamento Rancimat.

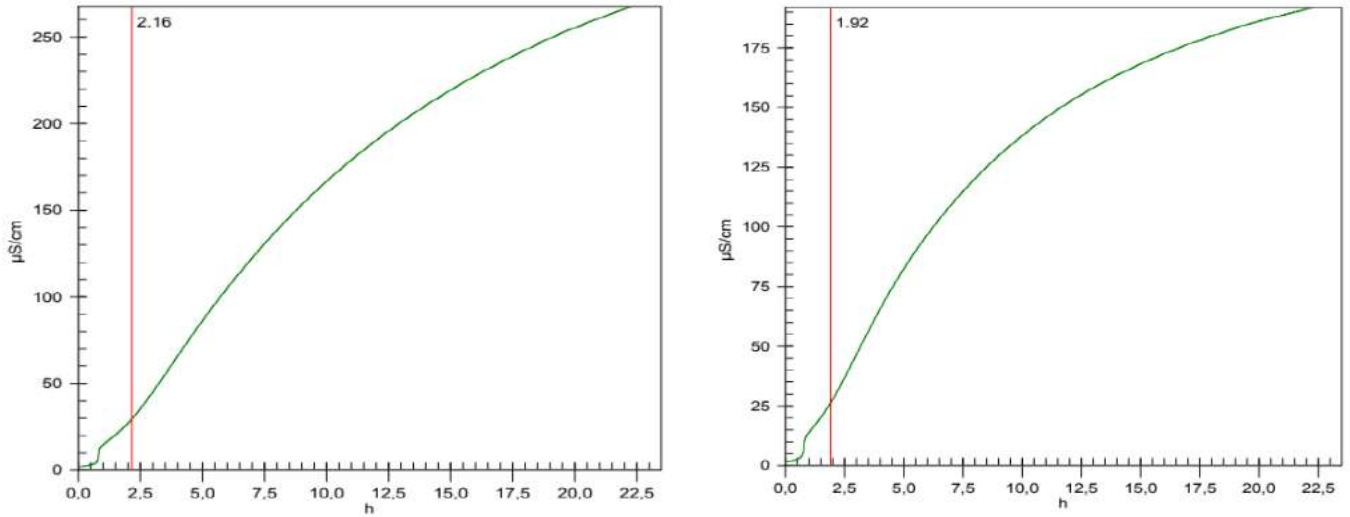
**Figura B.4 – Duplicata de análise da oleína de tucumã microencapsulada após armazenamento por 60 dias em dessecador de NaCl (tempos de indução de 1,99 h e 1,98**

**h).**



Fonte: gerados no software do equipamento Rancimat.

**Figura B.5 – Duplicata de análise da oleína de tucumã microencapsulada após armazenamento por 60 dias em condições ambientes (tempos de indução de 2,16 h e 1,92 h).**



Fonte: gerados no software do equipamento Rancimat.