

UFRRJ

INSTITUTO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA  
E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

DISSERTAÇÃO

**EFEITO DA TEMPERATURA DO AR DE  
SECAGEM E DOS AGENTES ENCAPSULANTES  
NO MICROENCAPSULAMENTO DE ÓLEO DE  
LARANJA EM LEITO DE JORRO E EM  
SECADOR POR ATOMIZAÇÃO**

LUIZ ROBERTO MARQUES ALBUQUERQUE

2002

UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO  
INSTITUTO DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

**EFEITO DA TEMPERATURA DO AR DE SECAGEM E DOS  
AGENTES ENCAPSULANTES NO  
MICROENCAPSULAMENTO DE ÓLEO DE LARANJA EM  
LEITO DE JORRO E EM SECADOR POR ATOMIZAÇÃO**

LUIZ ROBERTO MARQUES ALBUQUERQUE

Sob a Orientação da professora  
**Ana Lucia dos Santos Barbosa**

Dissertação submetida como  
requisito parcial para  
obtenção do grau de **Mestre  
em Ciências**, no curso de  
Pós-Graduação em Ciência e  
Tecnologia de Alimentos

Seropédica, RJ  
Março de 2002

633.85

A345e

T

Albuquerque, Luiz Roberto Marques, 1970-  
Efeito da temperatura do ar de secagem  
e dos agentes encapsulantes no micro\_  
encapsulamento de óleo de laranja em leite  
de jorro e em secador por atomização /  
Luiz Roberto Marques Albuquerque. - 2002.  
49 f. : il.

Orientadora: Ana Lúcia dos Santos  
Barbosa.

Dissertação (mestrado) - Universidade  
Federal Rural do Rio de Janeiro,  
Instituto de Tecnologia.

Bibliografia: f. 44-48.

1. Óleos cítricos - Teses. 2. Óleos  
cítricos - Secagem - Efeito da  
temperatura - Teses. 3. Ar - Secagem -  
Efeito da temperatura - Teses. I.  
Barbosa, Ana Lúcia dos Santos, 1952- II.  
Universidade Federal Rural do Rio de  
Janeiro. Instituto de Tecnologia. III.  
Título.

**Bibliotecário:** \_\_\_\_\_ **Data:** \_\_/\_\_/\_\_\_\_

**UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO RIO DE JANEIRO**  
**INSTITUTO DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

**LUIZ ROBERTO MARQUES ALBUQUERQUE**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, área de Concentração em Tecnologia de Alimentos, como requisito parcial para obtenção do grau de **Mestre em Ciência**, no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

DISSERTAÇÃO APROVADA EM 30/09/2002

---

Ana Lucia dos Santos Barbosa. (Dr.) UFRRJ  
(Orientador)

---

Cheila Gonçalves Mothé. (Dr.) UFRJ

---

Maurício Cordeiro Mancini. (Dr.) UFRRJ

---

Armando Ubirajara Sabaa Srur. (Ph.D.) UFRJ

---

Sandra Regina Gregório. (Dr.) UFRRJ

## AGRADECIMENTOS

Acima de tudo a Deus, sempre e por todas as coisas...

Aos meus pais; Roberto Luiz Sales Albuquerque e Francisca Marques Albuquerque, por terem me dado oportunidade de nascer, apoio, carinho e amor necessários ao meu desenvolvimento como ser humano.

Aos meus irmãos.

À amiga e orientadora Dr<sup>a</sup>. Ana Lucia dos Santos Barbosa, grande professora, pela orientação e conhecimento passado de forma primorosa, o que a torna, inegavelmente, exemplo profissional a ser seguido, mas sobretudo pela surpreendente paciência e cooperação nessa etapa final, sinceramente obrigado...

Aos professores; Gerson Luiz Vieira Coelho e Hélio Júnior por todo apoio logístico, e a Maurício Cordeiro Mancini, por ter acreditado em mim.

Um agradecimento especial a Marcos Dutra Duarte e Valéria Dutra Duarte e seus filhos, minha segunda família.

Ao amigo e as vezes irmão, Dr. Paulo Fernando Vargas Peixoto.

À família que Deus me deu no decorrer dos anos, todos os meus grandes e preciosos amigos, cujo carinho, o companheirismo foram imprescindíveis na caminhada até aqui. Muito, obrigado.

Aos técnicos de laboratório Selma Cristina Machado, Mariano e Amelsideque Camilo de Oliveira (Dedeco), por terem me auxiliado na parte laboratorial deste trabalho e aos funcionários Eliana da Silva, José Carlos da Silva e Gilson Cláudio Ribeiro Soares.

A EMBRAPA, pelo apoio técnico, em especial ao amigo e excelente funcionário Geraldo Baeta, pelo bom humor, alegria, tempo e paciência com que me ajudou da realização deste trabalho.

A Josi Seixas, minha esposa e melhor amiga, por todo carinho, amor e dedicação na conclusão deste trabalho.

Enfim, a todas as pessoas que direta e indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

"E Maior é Deus grande pequeno sou eu, pois o que tenho foi Deus quem me deu..."

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	1
<b>2. REVISÃO DE LITERATURA</b>	2
2.1. Encapsulamento	2
2.1.1. Substâncias encapsuláveis	4
2.1.2. Substâncias encapsulantes	5
2.1.2.1. Maltodextrina	7
2.1.2.2. Goma arábica	8
2.1.2.3. Capsul®	8
2.2. Encapsulamento de óleos essenciais	8
2.2.1. Os óleos essenciais na indústria de alimentos	8
2.2.2. Óleo de laranja	9
2.2.3. Encapsulamento de óleo de laranja	10
2.3. Técnicas de encapsulamento	11
2.3.1. Técnica de encapsulamento via secagem por atomização	12
2.3.2. Técnica de encapsulamento via secagem em leito fluidizado	14
2.4. Conclusão da revisão de literatura	15
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS</b>	16
3.1. Material	16
3.1.1. Agentes encapsulantes	16
3.1.2. Fase interna	16
3.1.3. Partículas sólidas inertes	16
3.2. Instalação experimental	16
3.2.1. Leito de jorro	16
3.2.2. Secador por atomização	18
3.3. Métodos	19

3.3.1. Preparo da emulsão	19
3.3.2. Secagem	20
3.3.2.1. Em leito de jorro	20
3.3.2.2. Em secador por atomização	20
3.4. Análises	21
3.4.1. Teor de umidade	21
3.4.2. Determinação de óleo total	21
3.4.3. Determinação de óleo superficial	21
3.4.4. Morfologia das microcápsulas	22
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>23</b>
4.1. Caracterização das microcápsulas	23
4.1.1. Influência da temperatura de secagem	27
4.1.2. Influência dos diferentes agentes encapsulantes	27
4.2. Análise morfológica das microcápsulas	29
4.2.1. Microcápsulas obtidas através da secagem em leito de jorro	30
4.2.2. Microcápsulas obtidas através da secagem por atomização	36
4.2.3. Microcápsulas obtidas em leito de jorro e através da secagem por atomização	39
<b>5. CONCLUSÕES</b>	<b>42</b>
<b>6. PERSPECTIVAS</b>	<b>43</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>44</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Representação esquemático de um leito de jorro	14
Figura 2. Esquema da instalação experimental de secagem	17
Figura 3. Detalhe do esquema de alimentação da emulsão	18
Figura 4. Esquema da instalação experimental de secagem por atomização	19
Figura 5. Teor de óleo superficial em função da temperatura do ar de secagem para as diferentes formulações	27
Figura 6. Teor de óleo interno em função da temperatura do ar de secagem para as diferentes formulações utilizadas	28
Figura 7. Taxa de retenção de óleo em função da temperatura do ar de secagem para as diferentes formulações utilizadas	28
Figura 8. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas com a formulação 1 em leito de jorro, nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C	30
Figura 9. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas com a formulação 2 via leito de jorro, nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C	31
Figura 10. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas com a formulação 3 em leito de jorro, nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C	32
Figura 11. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas em leito de jorro na formulação 1, da amostra controle (sem óleo) nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C	33
Figura 12. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas em leito de jorro na formulação 2, da amostra controle (sem óleo) nas temperaturas: 40, 60 e 80 °C	34
Figura 13. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas em leito de jorro na formulação 3, da amostra controle (sem óleo) nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C	35
Figura 14. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas via atomização “spray dryer” a temperatura de 190 °C nas formulações: 1, 2 e 3	37
Figura 15. Fotomicrografias das microcápsulas produzidas via atomização “spray dryer” a temperatura de 190 °C nas formulações: 1, 2 e 3 para amostra controle (sem óleo)	38
Figura 16. Fotomicrografias de microcápsulas produzidas em leito de jorro e via atomização “spray dryer” na formulação 1, nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C e 190 °C para o “spray dryer”	39
Figura 17. Fotomicrografias de microcápsulas produzidas em leito de jorro e via atomização “spray dryer” na formulação 2, nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C e 190 °C para “spray dryer”	40
Figura 18. Fotomicrografias de microcápsulas produzidas via leito de jorro e via atomização “spray dryer” na formulação 3, nas temperaturas de 40, 60 e 80 °C e 190 °C para “spray dryer”	41



## ÍNDICE DE QUADROS

Quadro 1. Aplicações típicas de encapsulamento	2
Quadro 2. Exemplos e aplicações de encapsulamento	3
Quadro 3. Sistemas capsulares: distinção de acordo com o tamanho das partículas	4
Quadro 4. Exemplos de substâncias encapsuladas na medicina, na agricultura e na engenharia do meio ambiente	4
Quadro 5. Exemplo de substâncias encapsuláveis e aplicações específicas na indústria de alimentos	5
Quadro 6. Substâncias encapsulantes de origem natural e semi-sintética utilizadas na indústria de alimentos	6

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Encapsulamento de óleo de laranja: taxa de retenção de óleo de acordo com diferentes agentes encapsulantes	7
Tabela 2. Composição média do óleo de laranja, variedade ( <i>Osbeck Maltese</i> ) e perfil de componentes simples	9
Tabela 3. Composição das emulsões preparadas para o microencapsulamento	20
Tabela 4. Resultados das análises das microcápsulas produzidas em leite de jorro e spray dryer para a formulação 1: (36% maltodextrina, 10% Capsul®)	24
Tabela 5. Resultados das análises das microcápsulas produzidas em leite de jorro e spray dryer para a formulação 2: (36% maltodextrina, 10% goma arábica)	25
Tabela 6. Resultados das análises das microcápsulas produzidas em leite de jorro e spray dryer para a formulação 3: (36% maltodextrina, 5% goma arábica e 5% Capsul®)	26

## RESUMO

**Albuquerque, Luiz Roberto Marques.** Efeito da temperatura do ar de secagem e dos agentes encapsulantes no microencapsulamento de óleo de laranja em leito de jorro e em secador por atomização. **2002. 48p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Instituto de Tecnologia, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2002.**

Neste estudo foi avaliado o encapsulamento de óleo de laranja em leito de jorro e em secador por atomização com o objetivo de avaliar, em diferentes temperaturas, a influência de diferentes agentes encapsulantes nas características das microcápsulas formadas nos dois equipamentos. Para tal, foi utilizada uma emulsão contendo 46% (p/p) de sólidos totais de matriz encapsulante, 10 % (p/p) de óleo de laranja e 44% (p/p) de água. As matrizes encapsulantes se constituíram em formulações de misturas de maltodextrina (20DE), Capsul<sup>®</sup> e goma arábica. As temperaturas utilizadas no leito de partículas inertes fluidizadas foram 40, 60 ou 80°C e no secador por atomização, 190°C. As análises do material encapsulado em leito de jorro, indicam influência da temperatura e dos agentes encapsulantes na taxa de retenção do óleo de laranja; este último efeito também foi verificado no secador por atomização. As formulações contendo Capsul<sup>®</sup> exibiram melhor desempenho no secador por atomização, (190°C) e no leito de jorro nas temperaturas de 60 e 80°C. A análise morfológica das microcápsulas obtidas nos dois secadores, indicou diferenças na superfície das cápsulas obtidas. Estas diferenças morfológicas parecem ter ligação direta com as características de cada processo, considerando formulação, temperatura e tipo de equipamento de secagem.

**Palavras-chave:** Leito de jorro. Secador por atomização. Microencapsulamento. Óleo de laranja.

## ABSTRACT

**Albuquerque, Luiz Roberto Marques.** The effects of temperature and different encapsulating agents in microcapsulation of orange oil in spouted bed dryers and spray dryers: **2002. 48p. Dissertation. (Master Science in Science and Food Technology). Instituto de Tecnologia, Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Seropédica, RJ, 2002.**

In this research the orange essential oil encapsulation process in spouted bed dryers and spray dryers was evaluated. The effects of temperature variations and different encapsulating agents in microcapsules formation were also determined. The experiments were carried out at 40, 60 and 80 °C, when the spouted bed dryer was used, and at 190 °C, when the process was performed in the spray dryer. The encapsulating emulsion composition consisted of 10 % (w/w) of essential orange oil, 46 % (w/w) of encapsulating agent and 44 % (w/w) of water. The encapsulating agents evaluated were prepared blending malt dextrin (20DE), Capsul<sup>®</sup> and gum arabic. The microscopic analysis of the microcapsules obtained in the spouted bed dryer show that both, the temperature and the encapsulating emulsion composition, affect the orange essential oil retention rate. It was also observed that the encapsulating agent composition affects the microcapsules formation and orange essential oil retention rate, when the process was carried out in the spray dryer. The results obtained allowed to conclude that the encapsulating blends containing Capsul<sup>®</sup> reached better performance in temperatures above 60 °C, in both equipments. The analysis of the microcapsules microscopic pictures show that the product obtained in the spouted bed dryer is morphologically different from that obtained in the spray dryer. The differences observed could be attributed to temperature and encapsulating blend composition variations. It was possible to verify that the equipment applied in encapsulation process also affected the microcapsules morphological properties.

**Key words:** Spouted bed, spray dryers. Microencapsulation. Essential orange oil.

## 1. INTRODUÇÃO

Os primeiros estudos sobre encapsulamento tiveram início a partir de 1930 com o desenvolvimento de papéis de cópia sem carbono realizado por *National Cash Register Co.* (JACKSON & LEE, 1991). Em 1950 foram desenvolvidas pesquisas sobre encapsulamento para produção de cápsulas de óleo de laranja, de gasolina e de metais. O microencapsulamento de materiais líquidos, sólidos ou gasosos, é uma técnica amplamente aplicada em diversos setores tais como: indústrias de alimentos, de cosméticos, farmacêutica, de tintas, agropecuária e outras.

Os objetivos finais que se pretende alcançar com o microencapsulamento são os mais variados possíveis. Podemos afirmar que o que impulsiona a utilização desta tecnologia é a proteção do material encapsulado, seja ele líquido, sólido ou gasoso, contra ação de agentes externos como: luz, pH, oxigênio atmosférico e qualquer outra substância que possa modificar as qualidades do material encapsulado, e a forma, o tempo, a quantidade e o local em que esse material será liberado “release”, e que segundo WHORTON (1995), é a característica mais importante de todas.

Há uma grande quantidade de substâncias que podem ser usadas para promover o encapsulamento, denominadas agentes encapsulantes. As mais utilizadas pela indústria de alimentos são os amidos comestíveis (polissacarídeos encontrados nas células vegetais) entre eles estão os amidos modificados, tais como maltodextrinas, ciclodextrinas e o Capsul (doravante denominado capsul<sup>®</sup>). Outros agentes naturais utilizados no encapsulamento são, entre outros: goma arábica, alginato de sódio, gelatina, albumina, caseína, cera de abelha, cera de carnaúba (SHAHIDI & HAN, 1993).

As diferentes técnicas atualmente utilizadas para o microencapsulamento de diferentes tipos de substâncias, utilizando materiais encapsulantes variados, são fruto da necessidade das indústrias em desenvolver novos produtos que combinem eficiência e qualidade, características cada vez mais exigidas pelos consumidores.

Dentre as técnicas atualmente utilizadas para o microencapsulamento a secagem por atomização é a mais empregada, devido ao seu baixo custo e grande variedade de substâncias que podem ser encapsuladas por este processo.

Novas técnicas de microencapsulamento têm surgido, entre elas destaca-se a secagem de suspensões em leito fluidizado, em especial a secagem em leito de jorro de partículas inertes. Esta técnica já foi testada no encapsulamento de óleo de cravo (eugenol) (SILVA, 1999) e de laranja (SOUZA *et al.* 1999), que normalmente são encapsulados por atomização; os resultados demonstraram que esta técnica é viável para o microencapsulamento de óleos, no entanto há necessidade de realizar mais estudos para caracterizar adequadamente o material encapsulante e as condições de operação. Assim, os objetivos deste trabalho são avaliar a influência da temperatura e do material encapsulante no microencapsulamento de óleo de laranja em leito de jorro e comparar os resultados com aqueles obtidos em secador por atomização (spray dryer).

## 2. REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 Encapsulamento

O encapsulamento é um processo físico em que minúsculas partículas ou materiais biorreativos, sólidos, líquidos ou gases, são recobertos por uma fina camada de filmes poliméricos (KIM & MORR, 1996; DIAN *et al.*, 1996; JACKSON & LEE, 1991; DZIEZAK, 1988; THIES, 1987).

Substâncias de diferentes origens têm sido encapsuladas com objetivos e aplicações específicos. De um modo geral, propõe-se o microencapsulamento para promover proteção de compostos contra efeitos de luz, umidade, oxigênio, para modificar a característica física do material (líquido para sólido), para reduzir a volatilidade e/ou inflamabilidade de líquidos ou sólidos, promover a liberação controlada do material ativo, mascarar sabor amargo de compostos, promover o aumento da vida de prateleira evitando a oxidação de substâncias, separar materiais biorreativos, diminuir a toxicidade e possível rompimento por cisalhamento (BUFFO & REINECCIUS, 2000; DIAN *et al.* 1996; JACKSON & LEE, 1991; WERNER, 1980).

A necessidade de confinar substâncias que contém o princípio ativo (PA) de interesse para atingir os objetivos acima, pode ser encontrada em diferentes áreas, indicando que o domínio de aplicação do encapsulamento é bastante abrangente. No Quadro 1 são apresentados exemplos de aplicações típicas de encapsulamento relacionadas às diversas áreas (BARBOSA, 2000).

**Quadro 1.** Aplicações típicas de encapsulamento (continua)

Área de domínio	Aplicação
Farmácia	Medicamento de efeito retardado, Vetorização-marcação de um órgão e liberação específica do PA, vacinas monodoses, mascaramento de gosto.
Cosmética	Proteção do PA nas formulações quando da utilização, Efeito retardado nos processos de penetração, Apresentação do produto do ponto de vista do marketing.
Agro-alimentar	Proteção e/ou liberação do PA (aromas, corantes, probióticos, óleos, enzimas), Disponibilidade (flash de aspartame), Bioreator (enzima + componente da partícula).
Veterinária	Complemento alimentar (aminoácidos para herbívoros, probióticos), Tratamento terapêutico monodose Mascaramento do gosto, do odor (raticida), Inseminação artificial
Fitosanitário	Formulação seca de inseticidas voláteis, Formulação de fungicida para madeira e para conservação de livros, aplicação persistente de PA em meio desfavorável (herbicidas em culturas submersas).
Meio Ambiente	Tratamento de água.

**Quadro 1.** Continuação

Química	Pinturas (estabilização de pigmentos, de cargas; incorporação de antimanchas), Tintas (autocopiante sem carbono, odorizantes, termocromo), adesivos, tecidos (odorizantes, antibacteriano, termocromo)
Produtos de grande consumo	Estabilização do PA na fórmula (perfumes, bactericidas, branqueamento), liberação prolongada (esponjas bacterianas, roupa de cama anti-odor, anti-mofo).

BARBOSA (2000)

A motivação para o encapsulamento de determinadas substâncias se alia aos objetivos pretendidos, sejam eles de imobilização, proteção, liberação controlada ou funcionalização. Esses objetivos podem ser atingidos isoladamente ou simultaneamente, isto é, o encapsulamento de uma determinada substância pode servir para protegê-la do ambiente (luz, calor, O<sub>2</sub>, pH), ao mesmo tempo disponibilizá-la de forma diversa, por exemplo: transformando líquido em pó, e liberá-la de forma controlada; as funções se acumulam, se adicionam (MAN *et al.*, 1999; JACKSON & LEE, 1991). No Quadro 2 são apresentados alguns exemplos de motivação para o encapsulamento e suas aplicações, fornecidos na literatura.

**Quadro 2.** Exemplos e aplicações de encapsulamento

Objetivos	Princípio Ativo (PA)	Motivação específica
Imobilização	Células, enzimas	Processo contínuo ou aceleração do processo (catálise)
	Substâncias voláteis	Prolongamento da vida de prateleira
Proteção	Células, enzimas	Proteção contra a lixiviação, ou cizalhamento
	Vitaminas e óleos insaturados	Proteção do oxigênio, da luz e do calor
	Alimentos e meios	Eliminação do gosto, veículo de ácidos, enzimas
Liberação (Release)	Matéria ativa ou um de seus subprodutos formados em presença de um dos materiais encapsulantes	Liberação por meio da temperatura, de uma força, Liberação ao longo do tempo, Liberação em certos meios (ácido, básico, hidratado).
Funcionalização	Líquido/gás	Formulação na forma sólida
	Sólido/líquido/gás	Formulações dispersas líquidas ou secas
	Enzima e um dos materiais encapsulantes	Formação de um biorreator

(MAN *et al.*, 1999; JACKSON & LEE, 1991; SPARKS, 1981).

### 2.1.1 Substâncias encapsuláveis

Diferentes substâncias podem ser encapsuladas dependendo dos objetivos pretendidos. Estas substâncias são consideradas princípio ativo (PA) e são nomeadas, material de centro, centro, agente ativo, núcleo, fase interna, ativo (THIES, 1987). Neste trabalho, o princípio ativo será considerado “fase interna”.

Considerando o estado de dispersão das substâncias, a fase interna pode ser protegida formando cápsulas, microcápsulas ou nanocápsulas. Esta classificação está pautada no tamanho das partículas dispersas, conforme indicado no Quadro 3.

**Quadro 3.** Sistemas capsulares: distinção de acordo com o tamanho das partículas.

- 
- Microencapsulamento é o recobrimento de gotículas de líquidos ou partículas muito finas, menores que 500  $\mu\text{m}$ ,  
Nanocápsulas: menores que 1  $\mu\text{m}$   
Microcápsulas: maiores que 1  $\mu\text{m}$
  - Encapsulamento é o recobrimento de partículas entre 500 e 5000  $\mu\text{m}$ ,
  - Macroencapsulamento ou macrorrecobrimento é aplicado para partículas de 5000  $\mu\text{m}$  ou mais.

---

(DUXBURY & SWIENTEK, 1992).

Independente do tipo de sistema capsular, os exemplos mais numerosos se encontram nas indústrias de alimentos e farmacêutica, no entanto, trabalhos recentes apontaram um grande crescimento do uso do encapsulamento em outras áreas como medicina e engenharia sanitária e ambiental, como indicam alguns exemplos extraídos da literatura e apresentados no Quadro 4.

**Quadro 4.** Exemplos de substâncias encapsuladas na medicina, na agricultura e na engenharia do meio ambiente.

---

Área	Substância	Aplicação	Referência
Agricultura e	Herbicida	Controle ambiental	THIES, 1987
	Uréia	<b>Fertilização</b>	ARANTES <i>et al.</i> , 2000
Meio ambiente	Sementes	Controle da germinação	BARROZO <i>et al.</i> , 1998
	Aspirina	Medicamento	BAKAN, 1973
	KCl	Controle salino	
Medicina	Hemácias artificiais	Tratamento do sangue	SPARKS, 1981
	Progesterona	Contracepção	
	Carvão ativo	Para controle de absorção de proteína e plaquetas no sangue	ENGLER, 2001
	Ilhas de Lagrheran	Controle de diabetes e transplante de células	

---



Na indústria de alimentos, onde as aplicações do encapsulamento são mais difundidas, os exemplos vão desde o encapsulamento de condimentos, vitaminas e sais minerais, passando pelos microrganismos chegando ao encapsulamento do CO<sub>2</sub> para “produzir sensações inusitadas em balas e bombons”, conforme redigiu SILVA (1999).

No Quadro 5 são apresentados exemplos de substâncias encapsuláveis e suas aplicações específicas na indústria de alimentos.

**Quadro 5.** Exemplos de substâncias encapsuláveis e aplicações específicas na indústria de alimentos

Substâncias encapsuláveis	Exemplos	Exemplos de aplicações
<b>Acidificantes</b>	Ácido láctico, ácido cítrico, ácido ascórbico	no processamento de carnes, na panificação
Condimentos (aromatizantes, e flavorizantes)	Óleos cítricos, de menta, de cebola, de alho, oleoresinas, temperos	para conferir sabor, aroma e pungência aos alimentos
Açúcares e adoçantes artificiais	Sacarose, aspartame	como adoçante em dietas e na preparação de goma de mascar
Corantes	Bixina, β-caroteno, oleoresina de páprica	no processamento de manteigas, bombons, sucos, temperos
Gorduras	Óleo de peixe, de fígado de bacalhau	na preparação de alimentos enriquecidos
Vitaminas e minerais	Tiamina, riboflavina, tiacina, ferro, cálcio, vitamina C	
Enzimas	Lipase, invertase	no processamento de queijos e na produção de queijos especiais
Microorganismos	<i>Penicillium roqueforti</i> , <i>Brevibacterium linens</i>	
Gases	CO <sub>2</sub>	na fabricação de balas e bombons
Aditivos alimentares	Antioxidantes	na conservação de alimentos

(BARBOSA, 2000; SHAHIDI & HAN, 1993; JACKSON & LEE, 1991; FINCH, 1990)

### 2.1.2. Substâncias encapsulantes

Nos últimos anos a importância e a utilização de encapsulados cresceu bastante. Uma grande quantidade de substâncias, tais como: vitaminas, óleos, gorduras e aromas, são utilizados pela indústria alimentícia na sua forma encapsulada, para produção de bolos, pães, pós para refrescos, gelatinas, massas, refrigerantes e sucos.

A chave para se conseguir um bom encapsulamento é a escolha correta do agente encapsulante. Para um agente encapsulante ter o desempenho esperado, segundo TRUBIANO & LACORSE (1988), deve possuir funções tais como:

- proteger a fase interna contra oxidação, luz, evaporação, umidade e de possíveis interações com outras substâncias que compõem os alimentos,
- mascarar sabores, aromas ou odores,
- permitir a liberação da fase interna,

- ter a habilidade de formar, com a fase interna, um pó de escoamento livre. Para exercer estas funções, o agente encapsulante deve ter as seguintes propriedades (TRUBIANO & LACORSE, 1988; KING & PERRY, 1976):

- formar emulsão estável,
- ser bom formador de filme,
- ter baixa higroscopicidade,
- apresentar baixa viscosidade em solução,
- ter sabor suave e não ter cheiro,
- promover liberação controlada quando hidratado,
- ser de baixo custo.

Os agentes encapsulantes disponíveis no mercado, de um modo geral, não apresentam todas estas propriedades quando isolados, no entanto, para contornar essas limitações são feitas associações de dois ou mais agentes encapsulantes (blends), obtendo-se emulsões encapsulantes com propriedades melhores que a dos encapsulantes isolados (QI & XU, 1999; BANGS & REINECCIUS, 1990).

Uma grande variedade de agentes encapsulantes é encontrada no mercado: encapsulantes de origem natural, semi-sintética e sintética (FINCH, 1990). Na indústria de alimentos utilizam-se, principalmente, agentes encapsulantes de origem natural e semi-sintética. No Quadro 6 estão apresentados alguns exemplos de agentes encapsulantes de origem natural e semi-sintética utilizados na indústria de alimentos.

**Quadro 6.** Substâncias encapsulantes de origem natural e semi-sintética utilizadas na indústria de alimentos

<b>Substâncias</b>	<b>Exemplos</b>	<b>Referências</b>
Polímeros naturais	goma arábica, , sucrose, xarope de milho, agar, agarose, alginato de sódio ou de cálcio, diglicerídeos, monoglicéridos, parafina, cera de abelha e de carnaúba, óleos e gorduras, ácidos graxos, glúten, caseína, gelatina, albumina, peptídeos, pectina cítrica.	VARAVINIT, <i>et al.</i> 2001; QI, & XU, 1999; SUHEYLA, 1997; SHAHIDI & HAN, 1993; JACKSON & LEE, 1991; FINCH, 1990; KENYON & ANDERSON, 1988; JANOVSKY, 1985.
Polímeros naturais modificados	maltodextrinas (dextrinas e ciclodextrinas), Capsul <sup>®</sup>	
Semi-sintéticos	carboximetilcelulose, metilcelulose, etilcelulose, nitrocelulose, acetilcelulose	SHAHIDI & HAN, 1993; JACKSON & LEE, 1991; FINCH, 1990; BAKAN, 1973.

Encontra-se na literatura um grande número de estudos sobre o encapsulamento de óleos e aromas utilizando como matriz encapsulante, goma arábica e amidos modificados. Os amidos modificados são uma classe de compostos naturais que sofrem alteração na sua estrutura para melhorar sua capacidade encapsulante; por ação de ácidos ou enzimas específicas formando dextrinas ou ciclodextrinas, ou por inclusão de grupamentos lipofílicos. O Capsul<sup>®</sup>, marca registrada da *NATIONAL STARCH e da CHEMICAL CORPORATION*, é um bom exemplo de amido modificado e faz parte desta última classe, - modificado por inclusão de grupo lipofílico (CARDELLO & CELESTINO, 1996).

A goma arábica apresenta baixa viscosidade em solução aquosa, estabiliza as emulsões, tem bom índice de retenção de compostos voláteis (acima de 85%) e realiza uma proteção efetiva contra a oxidação (BHANDARI, 1992; REINECCIUS, 1991).

A maltodextrina apresenta baixa higroscopicidade, evitando aglomeração das partículas, tem efeito antioxidante e apresenta índice de retenção de voláteis na faixa de 65 a 80% (SHAHIDI & HAN, 1993; REINECCIUS, 1991; KENYON, 1988).

O Capsul<sup>®</sup> é muito utilizado por formar emulsões estáveis, possuir baixa viscosidade em solução e apresentar excelente retenção de voláteis. Dados de KING & PERRY (1976), obtidos no encapsulamento de óleo de laranja com diferentes agentes encapsulantes, indicaram que a eficiência do Capsul<sup>®</sup> na retenção interna de óleo foi superior a 93%, conforme indicado na Tabela 1.

**Tabela 1. Encapsulamento de óleo de laranja: taxa de retenção de óleo de acordo com diferentes agentes encapsulantes**

Agente encapsulante	Teor inicial de óleo (%)	Total de óleo retido (%)	Óleo superficial (%)	Retenção interna (%)
Dextrina de milho	20,0	16,9	4,1	64,0
Dextrina de tapioca	20,0	17,9	2,9	75,0
Maltodextrina (10DE)	20,0	10,7	9,0	8,5
Goma arábica	20,0	18,1	1,4	83,5
Capsul <sup>®</sup>	20,0	19,5	0,8	93,5

(KING & PERRY, 1976).

A seguir são apresentadas as principais características destas substâncias.

### 2.1.2.1 Maltodextrina

A FDA “Food and Drug Administration”, órgão norte americano que regulamenta a utilização de novas drogas e substancias utilizadas na indústria de alimentos e farmacêutica, define maltodextrina  $((C_6H_{12}O_5)_nH_2O)$  como um polissacarídeo nutritivo, formado por unidades de D-glicose unidas principalmente por ligações  $\alpha$ -(1-4), com dextrose equivalente (DE) menor que 20. Dextrose equivalente é a medida do grau de hidrólise da molécula de amido e do poder redutor de amostra comparada ao peso equivalente de dextrose presente (QI & XU, 1999; REINECCIUS, 1991).

A maltodextrina é preparada na forma de pó branco ou solução concentrada, pela hidrólise parcial do amido de milho através de ácidos e ou enzimas e é geralmente reconhecida como insumo alimentar seguro, tradicionalmente utilizado para o consumo humano (KENYON & ANDERSON, 1988; INGLETT *et al*, 1988).

### 2.1.2.2 Goma arábica

A goma arábica, conhecida também como goma acácia, é um colóide vegetal obtido da exsudação<sup>1</sup> dos troncos e ramos de uma planta leguminosa da família das acácias. Sua utilização é muito antiga; segundo Thevenet (1988) foi utilizada como goma na bandagem no processo de mumificação. Essa goma é um polímero natural composto principalmente de ácido D-glucurônico, L-ramnose, D-galactose e L-arabinose, com cerca de 5% de proteína responsável pela propriedade emulsificante da goma. Apresenta-se na forma de um pó levemente amarelado, inodoro e insípido (SHAHIDI & HAN, 1993).

### 2.1.2.3 Capsul<sup>®</sup>

Na tentativa de encontrar um substituto para a goma arábica, cujo preço alcançou valores excessivos, a *NATIONAL STARCH* desenvolveu o “capsul” a partir da modificação enzimática do amido ceroso de milho, reagindo-o com um grupamento lipofílico (REINECCIUS, 1991; TRUBIANO & LACOURSE, 1988; KING & PERRY, 1976), uma vez que para apresentar propriedades emulsificantes, os amidos devem conter grupamentos lipofílicos e hidrofílicos.

## 2.2. Encapsulamento de Óleos essenciais

### 2.2.1 Os óleos essenciais na indústria de alimentos

Os óleos essenciais são geralmente uma mistura complexa de hidrocarbonetos, álcoois e compostos carbonílicos. Os hidrocarbonetos mais frequentemente encontrados pertencem a grupos de substâncias conhecidas como terpenos e em menor frequência, sesquiterpenos. São substâncias que ocorrem em todo tecido vivo de vegetal, geralmente concentradas na casca, nas flores, no rizoma e nas sementes.

Os óleos essenciais, na sua grande maioria são líquidos e os seus componentes aromáticos geralmente são térmica e quimicamente lábeis *in natura*, sendo propensos a sofrer reações de oxidação, isomerização e polimerização. Podem interagir com outros componentes voláteis do alimento, tais como aldeídos e aminas, ou ainda com a embalagem. Por estes motivos o seu encapsulamento é largamente aplicado na indústria de alimentos.

Existem muitos óleos essenciais que são utilizados na indústria de alimentos; os mais comuns são o óleo de citrus (laranja, limão, tangerina), aniz, erva doce, hortelã, gengibre, alecrim, pimenta (CARDELLO & CELESTINO, 1996).

O óleo essencial de laranja é utilizado na indústria alimentícia na preparação de sorvetes, gelatinas, licores, balas, caramelos, biscoitos, bolos, doces, bombons, pós para refrescos, refrescos e refrigerantes. Seu uso se estende também às indústrias de cosméticos e perfumaria, farmacêutica, têxteis, de tintas, de borrachas (ARAÚJO, 1999; BARROS, 1986; BICK, 1985). A seguir as características do óleo de laranja serão descritas, por ter sido a fase interna escolhida para a realização deste estudo.

---

<sup>1</sup> ato de se retirar líquidos ou semi-sólidos de tecidos através da sua destruição.

## 2.2.2 Óleo de laranja

Segundo BARROS *et al.* (1986), o óleo essencial da laranja é obtido por expressão a frio do pericarpo (casca) do fruto. Este óleo é na verdade um subproduto da produção de suco de laranja; na prensagem da laranja, o óleo e o suco são extraídos simultaneamente, sendo o primeiro (o óleo) removido por centrifugação (ARAÚJO, 1999). Está constituído fundamentalmente de misturas de hidrocarbonetos dos grupos monoterpenos, sesquiterpenos e compostos oxigenados tais como: aldeídos, álcoois, cetonas, ácidos, ésteres (TROZZI *et al.*, 1999; ARAÚJO, 1999).

O limoneno é o principal componente do óleo essencial de laranja com percentagem acima de 90%. Juntamente com o valenceno é usado como marcador em testes de oxidação de óleo essencial de laranja, pois, segundo ARAÚJO (1999), ambos (limoneno e valenceno) sofrem oxidação muito facilmente. As concentrações destes compostos dependem do tipo de cultivar e da época do ano em que for feita a colheita da laranja. (TROZZI *et al.* 1999).

Na Tabela 1 estão apresentadas as composições médias de alguns componentes encontrados no óleo de laranja, segundo resultados de TROZZI *et al.* (1999) obtidos para a variedade *Osbeck Maltese*.

**Tabela 2.** Composição média do óleo de laranja, variedade (*Osbeck Maltese*) e perfil de componentes simples.

ncias	Composição(%)
Hidrocarbonetos	97,44
Compostos oxigenados	2,40
Compostos carbonílicos	1,69
Álcool	0,65
Éster	0,04
Aldeídos	1,68
Componentes	Concentração(%)
$\alpha$ -Pino	0,55
Sabineno/ $\beta$ -Pino	1,93
Mirceno	1,95
Octanal	0,68
Limoneno	<b>92,57</b>
Linelol	0,46
Decanal	0,37
Neral/Carvona	0,14
Geranial	0,19
<b>Valenceno</b>	<b>0,02</b>
Outros (traços)	1,14

(TROZZI *et al.* 1999)

### 2.2.3 Encapsulamento do óleo de laranja

O encapsulamento de óleo de laranja tem sido motivo de muitos estudos. Conforme descrito a seguir.

ANANDARAMAN & REINECCIUS, (1986), avaliaram a estabilidade e a capacidade de proteção do óleo de laranja, das microcápsulas produzidas por atomização, utilizando como material encapsulante, maltodextrinas com diferentes índices de DE (dextrose equivalente); os autores constataram que o aumento da DE melhorou a proteção do óleo encapsulado.

INGLET *et al.* (1988), estudaram a capacidade de retenção de óleo de laranja e a estabilidade das cápsulas produzidas por atomização, utilizando como material encapsulante oligossacarídeos obtidos de amidos provenientes de milho, arroz, mandioca e batata, modificados por  $\alpha$ -amilase. Os resultados do estudo indicaram que estes amidos apresentaram bom desempenho quanto a viscosidade da emulsão, a retenção de óleo após a secagem e a estabilidade durante a estocagem.

ANKER & REINECCIUS (1988), estudaram a influência do ar de secagem na retenção e estabilidade do óleo de laranja encapsulado via atomização. Este estudo mostrou que o teor de óleo superficial das microcápsulas aumenta com a diminuição do gradiente de temperatura.

CHUMPITAZ (1995) e ABURTO *et al.* (1988), estudaram a influência de diferentes agentes encapsulantes e da temperatura de secagem via atomização, nos índices de retenção interna e total do óleo essencial de laranja. Utilizaram, como agente encapsulante, goma arábica, Capsul<sup>®</sup> e maltodextrina e temperaturas de 180, 200 e 220 °C. Os resultados mostraram que as formulações que continham Capsul<sup>®</sup> tiveram maior índice de retenção interna de óleo, não tendo sido observada dependência significativa da temperatura na retenção de óleo.

SOUZA *et al.* (1999), estudaram a viabilidade de se utilizar o processo de secagem em leito de jorro para o microencapsulamento de óleo de laranja, usando como agentes encapsulantes maltodextrina e Capsul<sup>®</sup> na proporção de 3:1, variando a temperatura de entrada do ar de secagem e a vazão de alimentação da emulsão encapsulante. Este estudo demonstrou que o rendimento do processo tende a aumentar com o aumento da temperatura de secagem e a diminuir com o aumento da vazão de alimentação da emulsão. Embora a retenção de óleo de laranja tenha sido baixa, os resultados obtidos demonstraram ser possível a utilização do leito de jorro no encapsulamento de óleos essenciais.

Observa-se que na maioria dos trabalhos encontrados na literatura, referentes ao encapsulamento de óleo de laranja, a técnica de encapsulamento por atomização, é a mais utilizada.

Fica evidente que o método de encapsulamento de óleos essenciais através da secagem em leito de jorro precisa ser mais explorado, visto que são escassos os trabalhos encontrados na literatura e indicam apenas que este processo de encapsulamento é viável e promissor, no entanto necessita de ajustes operacionais, e muitos aspectos necessitam ser analisados e discutidos.

Existe uma grande preocupação com o tipo de material encapsulante, com a temperatura do processo e com as propriedades físicas da emulsão formada, como densidade e viscosidade.

Os resultados desses trabalhos apresentados mostraram que a utilização de maltodextrina e do amido modificado Capsul<sup>®</sup> como agentes encapsulantes, resultou na formação de cápsulas com maior índice de retenção de óleo, melhor estabilidade e menor índice de oxidação do óleo durante a estocagem das cápsulas, ou seja, o tipo de material encapsulante utilizado no encapsulamento tem influência determinante na retenção interna e

superficial do óleo de laranja. No encapsulamento por atomização, a temperatura do ar de secagem não influenciou no índice de retenção do óleo essencial de laranja, no entanto o efeito da temperatura de secagem tem efeito considerável no encapsulamento em leito fluidizado, assim como a vazão de alimentação da emulsão.

## 2.3 Técnicas de Encapsulamento

Um grande número de técnicas de encapsulamento foram testadas e outras novas têm sido desenvolvidas e patenteadas por diferentes indústrias (SPARKS, 1981). A escolha de uma ou de outra técnica de encapsulamento é função, dentre outras coisas, da fase interna, da matriz encapsulante, do tamanho da partícula que se deseja, das propriedades físicas tanto do princípio ativo (PA) como da matriz encapsulante (ME), do tipo de liberação (release) que se deseja para a fase interna e do custo do processo (JACKSON & LEE, 1991; FINCH, 1990; THIES, 1987; SPARKS, 1981).

A classificação das técnicas de encapsulamento é feita por alguns autores, segundo a natureza do meio de suspensão onde as cápsulas são formadas. Na primeira categoria o meio de suspensão é um líquido e o encapsulamento é realizado por emulsificação ou dispersão de duas ou mais fases imiscíveis (FINCH, 1990; THIES, 1987). Nesta categoria estão agrupadas as seguintes técnicas:

- coacervação (simples e complexa),
- polimerização interfacial,
- desidratação,
- evaporação de solvente,
- gelificação,
- extrusão.

Na outra categoria o meio de suspensão é um gás e as cápsulas são formadas por atomização da fase líquida. As técnicas abaixo se agrupam nesta categoria:

- secagem por atomização (spray drying),
- secagem em leito fluidizado,
- coextrusão,
- recobrimento a vácuo,
- gelatinização,
- deposição eletrostática.

Uma outra classificação se baseia no fenômeno determinante do processo de encapsulamento, quais sejam: processo físico, processo químico ou físico-químico. O processo físico se caracteriza quando um agente encapsulante envolve mecanicamente o material ativo; o processo químico, quando esta proteção se dá através de uma reação química entre as substâncias envolvidas e o processo físico-químico se caracteriza pela combinação dos dois processos - físico e químico (FINCH, 1990).

CARDELLO & CELESTINO (1996) e JACKSON & LEE (1991) consideram que na 1ª categoria estão os processos químicos e na 2ª categoria, os processos físicos.

Na indústria de alimentos, as técnicas onde o meio de suspensão é um gás são mais difundidas e dentre todas as técnicas de encapsulamento, a secagem por atomização e a fluidização têm sido as mais utilizadas; a primeira para o microencapsulamento e a outra para a operação de encapsulamento e ou recobrimento.

De acordo com os objetivos deste trabalho, qual seja: comparar a taxa de retenção de óleo em material encapsulado em leito jorro e em secador por atomização, a seguir são descritas estas duas técnicas de obtenção de microcápsulas.

### **2.3.1. Técnica de encapsulamento via secagem por atomização (spray drying)**

A secagem por atomização é o processo mais utilizado para o microencapsulamento de aromas. A popularidade deste processo é histórica, pois foi o primeiro processo usado na indústria para produção de compostos aromáticos encapsulados (THIES, 1987). As vantagens que este processo oferece são; baixo custo de produção, emprego de uma grande variedade de materiais que podem ser utilizadas como matriz encapsulante, boa retenção de compostos voláteis, facilidade de controlar os tamanhos de partículas produzidas e boa estabilidade do produto final (REINECCIUS, 1988). Segundo SHAHIDI & HAN (1993) o encapsulamento de aromas por atomização, foi primeiramente utilizado na indústria de alimentos em 1930, utilizando como agente encapsulante a goma arábica.

Segundo JACKSON & LEE (1991), FINCH, (1990), DZIEZAK (1988), SPARKS (1981), a principal vantagem desta técnica de encapsulamento é o curto tempo de contato entre o gás de secagem e a substância a ser encapsulada, o que permite trabalhar com substâncias termo-sensíveis, como é o caso dos aromas que contêm componentes termo-sensíveis ou que podem sofrer oxidação devido ao aumento da temperatura.

Nos equipamentos modernos de secagem por atomização, a possibilidade de se operar com suspensões de alta viscosidade (~300cP) (SPARKS, 1981) é um outro atrativo, o que favorece o trabalho com suspensões mais concentradas levando, conseqüentemente, à redução do consumo de energia durante a secagem.

O processo de encapsulamento por atomização consiste de três etapas:

- 1ª etapa: formação de uma emulsão ou suspensão de matriz encapsulante e fase interna, que será atomizada dentro do secador formando uma névoa de minúsculas gotículas,
- 2ª etapa: a névoa formada entra em contato com o gás que é alimentado ao secador à uma temperatura pré determinada, geralmente superior a 150 °C, que provoca a rápida evaporação do solvente,
- 3ª etapa: separação e coleta das partículas sólidas da corrente de gás, o que se faz utilizando coletores tipo ciclone.

Segundo diferentes autores MUJUMDAR (1995), JACKSON & LEE (1991), DZIEZAK (1988), HEATH (1985), SPARKS (1981) as partículas formadas no spray dryer têm o mesmo tamanho e forma das gotículas formadas na 1ª etapa do processo, por isso o sistema de atomização é determinante para o estabelecimento da granulometria das partículas e eficiência do processo via secagem por atomização.

Os parâmetros do processo de encapsulamento por atomização que influenciam na retenção de componentes voláteis de aromas são, segundo REINECCIUS (1988):

- Concentração de sólidos na emulsão alimentada,

A alta concentração de sólidos alimentados no atomizador aumenta a retenção de voláteis durante a secagem por reduzir o tempo necessário para formação de uma membrana semi permeável na superfície da gotícula .

- Peso molecular e pressão de vapor (volatilidade) dos componentes do aroma (aromáticos),

O peso molecular é uma representação do tamanho da molécula, o qual é o fator principal que determina a difusão dos voláteis. Compostos aromáticos com diâmetro cinético grande e menos voláteis difundem-se lentamente para a superfície da gotícula. Para estas moléculas a superfície das gotículas se torna impermeável rapidamente durante a secagem reduzindo consideravelmente a taxa de difusão desses voláteis.



- Tipo e peso molecular do agente encapsulante,

Apesar da concentração de sólidos da emulsão ter influência sobre a retenção de componentes voláteis, o tipo de agente encapsulante usado também tem influência sobre a retenção de aromáticos durante a secagem via atomização; sua plasticidade e viscosidade são determinantes na qualidade da retenção que promovem.

- Concentração dos compostos aromáticos,

Altas concentrações de aromáticos geralmente resultam em baixas taxas de retenção porque interferem na plasticidade do agente encapsulante.

- Viscosidade da emulsão,

A viscosidade da emulsão exerce influência na retenção dos componentes voláteis durante a secagem, por influenciar no movimento das correntes de circulação das gotículas atomizadas. Se a viscosidade é baixa, pode ocorrer uma mistura interna na gotícula durante a secagem, retardando desta maneira a formação da película superficial semipermeável e, como consequência, provocando perdas de voláteis. Desta forma, para uma mesma concentração de sólidos na emulsão, terá maior retenção de voláteis a emulsão que apresentar maior viscosidade na alimentação.

- Velocidade do ar de secagem,

Uma alta velocidade do ar de secagem no secador promove maior retenção de compostos aromáticos. Este efeito é devido à maior taxa de transferência de calor e massa associadas com o processo de secagem. Este fator é controlado no projeto do secador e não pode ser alterado em grau significativo.

- Temperatura de entrada e saída do ar de secagem,

É desejável que uma alta temperatura do ar de entrada seja empregada na secagem para promover uma rápida formação da membrana semipermeável na superfície da gotícula, porém esta temperatura não deve favorecer a produção de bolhas de vapor nas gotículas (borbulhamento), pois estas bolhas provocam a formação de partículas com paredes finas e, com isso, baixa retenção dos compostos aromáticos. Este efeito de borbulhamento depende principalmente do tipo de agente encapsulante. Temperaturas na faixa de 160 a 210 °C proporcionam ótima retenção de compostos aromáticos e temperaturas acima de 210 °C provocam diminuição na retenção, devido ao fenômeno de borbulhamento.

O aumento da temperatura do ar de saída provoca o aumento da retenção dos compostos voláteis. Isto provavelmente está relacionado ao fato de que a temperatura de saída do ar depende da temperatura de entrada e da vazão de ar. Temperaturas do ar de saída elevadas, resultam em secagem mais rápida com maior retenção dos compostos aromáticos, por outro lado, as altas temperaturas do ar de saída podem alterar alguns aromas como, por exemplo, de sucos de frutas naturais, tomate e queijo. Na prática utilizam-se geralmente temperaturas de saída de ar do secador na faixa de 80 a 90 °C.

- Temperatura da emulsão alimentada no atomizador,

SILVETZ & FOOTE (1963) citados por REINECCIUS (1988), observaram que o pré-resfriamento da alimentação de um extrato de café com 30% de sólidos, favoreceu grandemente a retenção do aroma do produto seco, porque o resfriamento do extrato aumenta a viscosidade da alimentação, afetando as correntes de circulação e o diâmetro das gotículas atomizadas, assim como a volatilidade e difusividade dos compostos aromáticos.

- Diâmetro das gotículas formadas no atomizador,

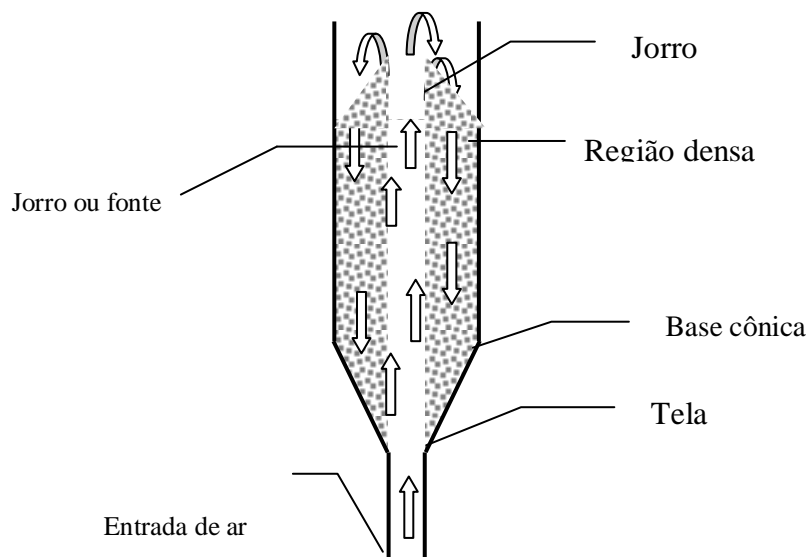
O papel exercido pelo diâmetro das gotículas atomizadas na retenção dos compostos voláteis é discutível. RULKENS & THIJSSSEN, (1972) afirmaram que gotículas de diâmetros grandes resultam em maior retenção dos compostos aromáticos, no entanto REINECCIUS & COULTER (1969) não observaram efeito algum do diâmetro da gotícula na retenção de compostos aromáticos.

### 2.3.2 Técnica de encapsulamento via secagem em leito de jorro.

Quando um gás se movimenta com velocidades baixas através de um leito poroso de partículas sólidas, sustentadas sobre uma placa perfurada estas permanecem fixas. À medida que a velocidade do gás aumenta, a pressão sobre as partículas sólidas aumenta até que as partículas começam a se movimentar e são mantidas em suspensão pelo fluxo ascendente de fluido. Isso ocorre quando a perda de carga do fluido ascendente, que é igual ao peso aparente do sólido por unidade de área, permanece constante e independente da vazão de gás, é o fenômeno da fluidização; o leito se comporta como um fluido e a velocidade do gás deve ser suficiente para manter as partículas sólidas em movimento, formando um leito que apresenta semelhança com um líquido em ebulição, por isso o nome fluidização (BARBOSA, 1994 e McCABE, 1973).

A principal vantagem do leito fluidizado é a alta capacidade de transferência de calor e massa entre o fluido e a partícula e entre o leito e as superfícies nele submersas, devido ao rápido e vigoroso movimento que ocorre no leito. Assim, o aquecimento ou resfriamento do leito de partículas é rápido e é possível evitar superaquecimento ou o aparecimento de pontos quentes que diminuem o rendimento dos processos (SHILTON & NIRANJAN, 1993). Outras vantagens são: o fácil controle da temperatura, a possibilidade de operações em grande escala, além dos custos de manutenção serem baixos. As desvantagens são: baixo tempo de residência da massa reagente obrigando, em muitos casos, a recirculação e impedimento para alguns materiais que não permitem uma fluidização adequada, pois se aglomeram, se sinterizam ou se pulverizam (McCABE, 1973).

O leito de jorro, uma variação do leito fluidizado, se caracteriza pela entrada do ar de secagem como um jato no centro da coluna, conforme apresentado na Figura 1. O gás de secagem gera um canal preferencial onde ocorre o transporte pneumático das partículas originando um jorro. Nesta região as partículas se movimentam em regime desacelerado até o topo do jorro, ou fonte, caindo na região densa. A região densa comporta-se como um leito deslizante, transportando as partículas em baixa velocidade para a base do leito (ONIMARU, 1996).



**Figura 1.** Representação esquemática de um leito de jorro.

A tecnologia do leito de jorro cone-cilíndrico foi apresentada na década de 50, mais precisamente no ano de 1955, pelos pesquisadores MATHUR & GISHLER, tendo sido utilizado primeiramente como método de secagem de trigo (ROCHA & TARANTO, 1992).

Segundo SCHNEIDER & BRIDGWATER (1989), os primeiros estudos sobre secagem de pastas e suspensões em leito de jorro, foram realizados na antiga União Soviética por REGER *et al.* (1967) na secagem de lacas e tintas. No Brasil, trabalhos como os de PHAN (1983) e RÉ & FREIRE (1986), sobre a secagem de sangue animal, MASSARANI & BARBOSA (1988) e SPITZNER NETO & FREIRE (1996) sobre a secagem de ovo, SILVA (1999) e SOUZA (1999) sobre o microencapsulamento de óleo essencial de cravo e de laranja, apresentam resultados muito interessantes sobre a utilização de leito de jorro com partículas inertes para a secagem de suspensões. Nesta técnica a emulsão é pulverizada sobre as partículas inertes, que estão suspensas pela corrente de ar, formando um filme líquido que se desidrata pela ação desta corrente de ar. Com a colisão das partículas inertes provocada pela movimentação do leito, o filme se fragiliza e se quebra em partículas de tamanhos muito inferiores às partículas inertes. Estas partículas muito pequenas formam um material pulverulento que é arrastado pela corrente gasosa, sendo recolhido na saída em um ciclone ou em outro tipo de coletor de pós.

Esta técnica, com algumas modificações, pode ser aplicada para o recobrimento de partículas, que é uma forma de encapsulamento. Neste caso, as partículas do leito não são necessariamente inertes e a cobertura formada pelo filme líquido permanece recobrindo as partículas. Para tanto, as condições de operação do leito devem ser controladas para garantir a espessura desejada da cobertura e evitar o choque brusco entre as partículas e a conseqüente quebra do filme formado (JACKSON & LEE, 1991; FINCH, 1990; DZIEZAK, 1988; THIES, 1987).

#### **2.4 Considerações Finais da revisão de literatura**

A literatura mostra que a técnica de encapsulamento é bastante difundida nos diferentes setores industriais para diferentes finalidades do produto final e novas frentes continuam a ser pesquisadas haja vista as diversas possibilidades e a multi funcionalidade do material encapsulado.

Muitos materiais de origem natural, sintética e semi-sintética têm sido utilizados como agentes encapsulantes para o encapsulamento; na indústria de alimentos os de origem natural e, em especial, os amidos naturais, os amidos naturais modificados e os polissacarídeos naturais são os mais utilizados.

Para o encapsulamento de aromas: as maltodextrinas, o capsul<sup>®</sup> e goma arábica, quando utilizados em conjunto, provocam uma melhor retenção dos compostos aromáticos por este motivo serão utilizados neste trabalho formando diferentes formulações.

Diferentes técnicas de encapsulamento foram citadas na literatura sendo a secagem por atomização a mais difundida na indústria de alimentos. Como alternativa a esta técnica, há a secagem em leito fluidizado de partículas inertes (jorro), que a literatura indica ser viável.

Recentemente, baseada nos princípios de secagem de suspensão em leito fluidizado de partículas inertes, SILVA (1999) e SOUZA *et al.* (1999) apresentaram, como alternativa à atomização, o encapsulamento via leito de jorro. Seus resultados indicaram ser uma técnica viável e interessante.

Assim, dando seqüência ao estudo de Silva (1999), este trabalho tem como propósito estudar o encapsulamento de óleo de laranja em leito fluidizado, utilizando diferentes agentes encapsulantes e diferentes temperaturas do ar de secagem em comparação com o encapsulamento por atomização, avaliando a influência desses fatores na taxa de retenção do óleo.

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

Os experimentos de microencapsulamento em secador de leito de jorro e por atomização, referentes a este estudo, foram realizados respectivamente no Laboratório de Sistemas Particulados do Departamento de Tecnologia Química da UFRRJ e na Planta Piloto de Secagem da Embrapa-CTAA (Rio de Janeiro-RJ). As análises dos produtos obtidos foram realizadas no Laboratório de Tecnologia Química e de Alimentos e no Laboratório de Sistemas Particulados, todos localizados na UFRRJ. As análises morfológicas das cápsulas obtidas foram realizadas no Laboratório de Microscopia Eletrônica da EMBRAPA-Agrobiologia (Seropédica-RJ).

#### 3.1 Material

##### 3.1.1 Agentes encapsulantes

Os agentes encapsulantes utilizados na preparação das emulsões foram os seguintes:

- Maltodextrina DE20 “MORREX 1920”, fornecida pela *Corn Products Brasil*;
- Amido Modificado “Capsul”, fornecido pela *IFF* Essências e Fragrâncias;
- Goma Arábica, fornecida pela *IFF* Essências e Fragrâncias.

##### 3.1.2 Fase interna.

Como fase interna optou-se pelo óleo essencial de laranja ( $\rho = 0,882\text{g/cm}^3$  a  $25^\circ\text{C}$ ), devido a sua disponibilidade. Já que o objetivo deste trabalho é comparar técnicas de encapsulamento.

##### 3.1.3 Partículas sólidas inertes

Foram utilizadas, para o leito de inertes, partículas de polietileno de baixa densidade (PEBD) de diâmetro médio igual a 4,19 mm e densidade de  $0,8404\text{g/cm}^3$ , fornecidas pela *ABCM Indústria e Comércio de Plásticos Ltda.* Estas propriedades foram determinadas por SILVA (1999), em trabalho anterior.

#### 3.2 Instalação Experimental

Os equipamentos utilizados na secagem das emulsões foram:

##### 3.2.1 Leito fluidizado

O equipamento para realização deste experimento foi concebido no Laboratório de Sistemas Particulados - Departamento de Tecnologia Química – IT da UFRRJ. Constitui-se de um secador de leito fluidizado (leito de jorro) de partículas inertes. Como mostrado na Figura 2, o sistema constitui-se de uma coluna cilíndrica de acrílico com entrada de ar aquecido pela base, alimentação de emulsão lateral e com um ciclone acoplado no topo da coluna para coleta de material seco. A coluna possui ainda vários pontos para medição de pressão e temperatura. As partes que constituem o equipamento são:

- Coluna de fluidização (peça 1)

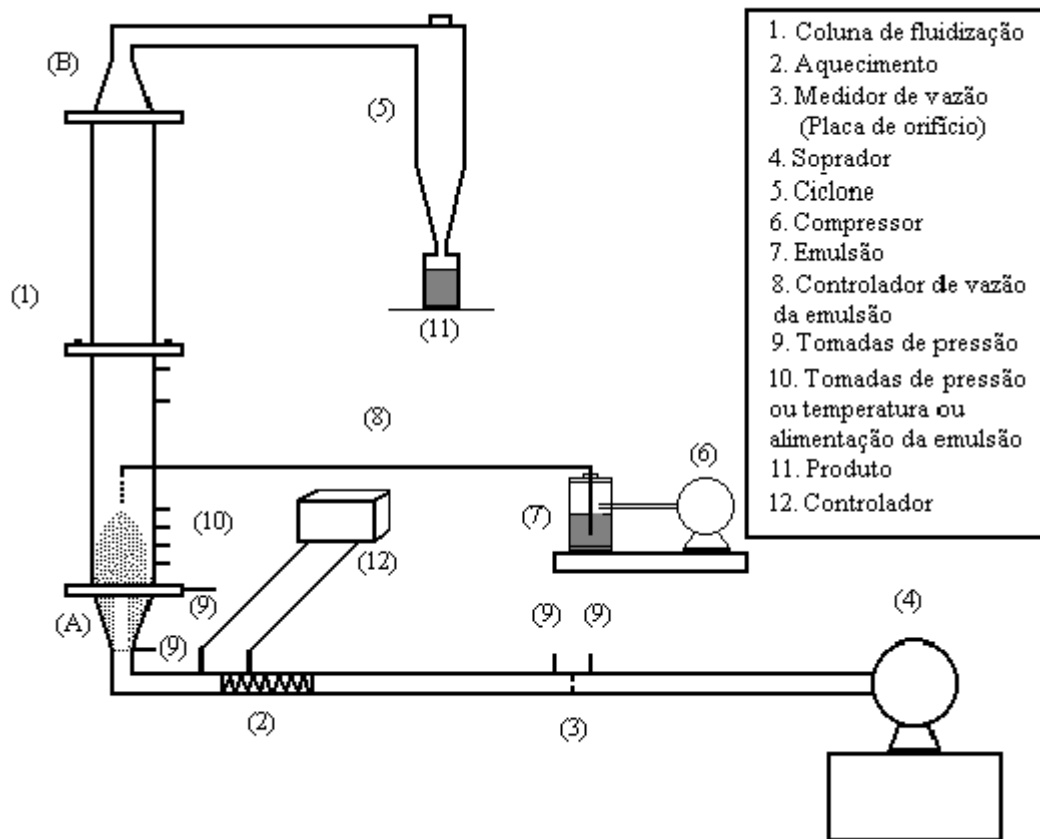
Constitui-se em uma coluna formada por 2 tubos cilíndricos em acrílico transparente, com diâmetro interno de 0,08 m e 0,50 m de altura cada. A coluna possui tomadas que podem

ser usadas para medir a pressão e a temperatura e possibilita a introdução de um bico, através do qual a emulsão é alimentada no interior da coluna. A esta coluna são acoplados, na parte inferior, uma base cônica (peça A), com diâmetro variando de 0,08m a 0,02m e ângulo de 60°, construída em aço inoxidável, por onde se faz a alimentação de ar aquecido, e, na parte superior, uma peça também cônica e em aço inoxidável (peça B), de diâmetro variando de 0,08m a 0,025m e ângulo de 60°, à qual é conectado um ciclone tipo Lapple de 0,05m de diâmetro (Dc) (peça 5), para a coleta das partículas sólidas arrastadas pela corrente gasosa.

As partículas inertes de polietileno são suportadas na coluna por intermédio de uma tela em aço inoxidável (10 mesh), colocada na parte inferior da coluna (peça A), justo na entrada de ar.

O suprimento de ar é feito por um compressor radial centrífugo de 4HP (peça 4), conectado à coluna através de uma tubulação de 0,052m de diâmetro e 3m de comprimento.

A vazão de ar é medida através de uma placa de orifício, instalada na tubulação que liga o compressor à coluna.



**Figura 2.** Esquema da instalação experimental de secagem

A medida da temperatura do ar foi feita em diferentes pontos: para o controle do sistema de aquecimento e na operação da coluna de fluidização. No primeiro caso, um termopar conectado a um controlador do tipo proporcional, foi instalado logo após o sistema de aquecimento, garantindo uma variação de temperatura no leito de  $T \pm 1^\circ\text{C}$ . Na operação da coluna, durante a secagem, a medida da temperatura foi realizada através de termopares tipo K (Cromel-Alumel) inseridos no seio do leito e acoplados a um registrador digital marca BARNANT.

- Sistema de aquecimento do ar (peça 2)

O ar de secagem é aquecido através de um sistema de aquecimento que foi idealizado e construído especificamente para este fim (SILVA, 1999). É um dispositivo de baixo custo, composto por uma resistência de 1500W, um cilindro de porcelana de 0,025m de diâmetro e 0,32m de comprimento e um tubo de ferro galvanizado de 0,052m de diâmetro e 0,30m de comprimento, flangeado nas duas extremidades, permitindo seu fácil acoplamento à tubulação de alimentação de ar. Este sistema está instalado próximo à entrada da coluna de fluidização.

- Sistema de alimentação da emulsão

A alimentação da emulsão foi feita a 0,35m da base da coluna, utilizando um sistema também idealizado e montado para este fim; constitui-se de um recipiente de plástico com duas saídas, um equipo de soro para controle da vazão da emulsão e um compressor de bancada com sistema de purga para redução da pressão de ar. Na Figura 3 está ilustrada a montagem deste sistema.

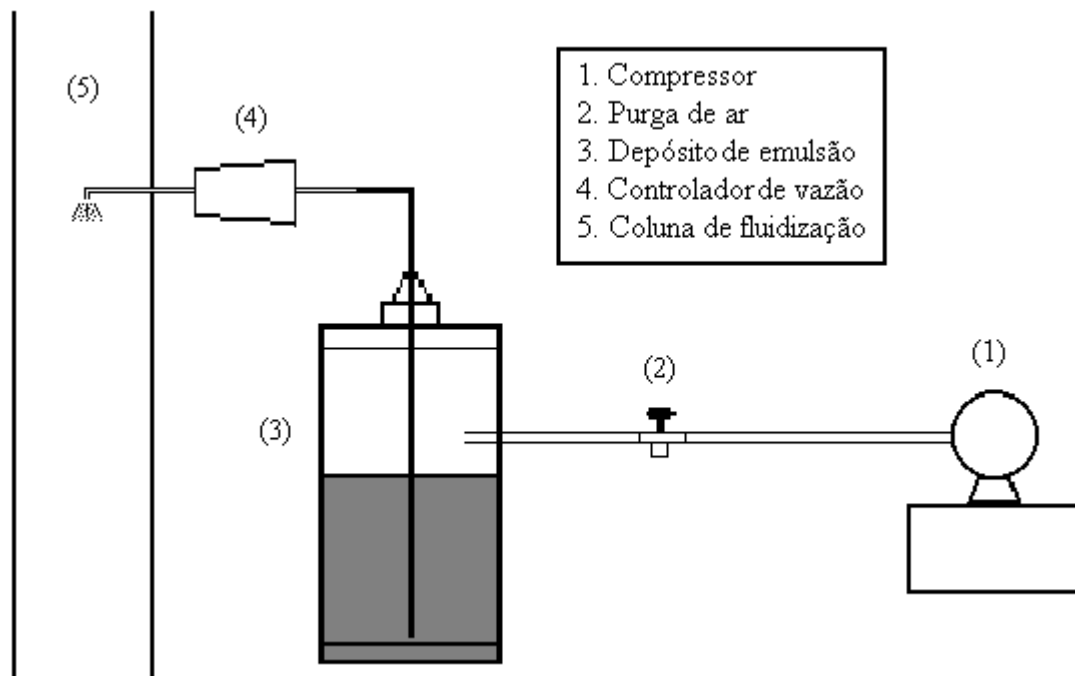
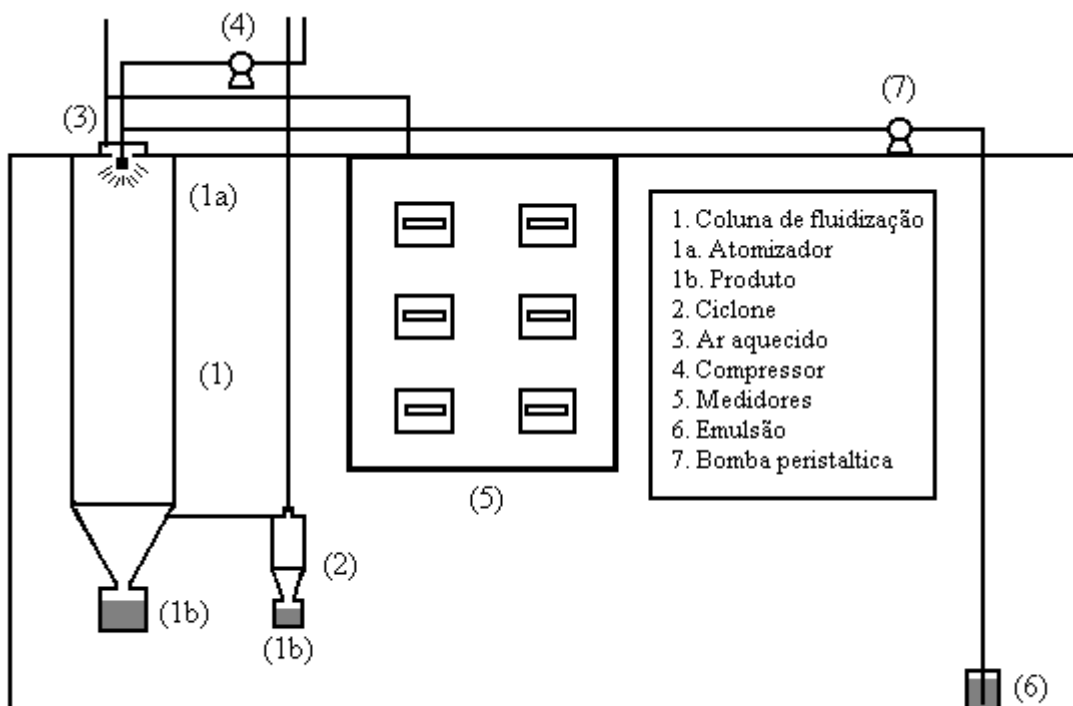


Figura 3. Detalhe do esquema de alimentação da emulsão

### 3.2.2 Secador por atomização

Para os ensaios de secagem da emulsão por atomização, foi utilizado um mini spray drier (de bancada) modelo BUCHI 190, cuja instalação está esquematizada na Figura 4. O equipamento é composto por uma coluna cilíndrica de vidro transparente com 0,60m de comprimento e 0,11m de diâmetro, com base em formato cônico de diâmetro variando de 0,11m a 0,025m (peça 1). Na parte superior na coluna estão dispostos o atomizador (peça 1a) e a entrada de ar aquecido (peça 3). A coleta do pó seco é feita na saída da base cônica da coluna onde está acoplado um ciclone tipo Lapple (peça2), com 0,04m de diâmetro ( $D_c$ ). Os coletores (peças 1b) são recipientes cilíndricos rosqueados nas saídas inferiores da coluna e do ciclone.

O aquecimento do ar de secagem é realizado por sistema elétrico controlado por controladores do tipo PID. A alimentação da emulsão é realizada pela parte superior da coluna, através de uma bomba peristáltica (peça 7). A atomização da emulsão dentro da coluna é realizada sob pressão de ar através de um compressor de ar (peça 4).



**Figura 4.** Esquema da instalação experimental de secagem por atomização

### 3.3 Métodos

A produção de microcápsulas por fluidização constituiu-se de etapas de preparação da emulsão e secagem, conforme apresentadas a seguir.

#### 3.3.1 Preparo da emulsão

A emulsão é a mistura das matrizes encapsulantes com a fase interna. Neste estudo as matrizes encapsulantes se constituem de uma mistura dos agentes encapsulantes nas composições indicadas na Tabela 3. Vale ressaltar, que o teor de sólidos totais foi mantido constante para todas as formulações.

Para o preparo das matrizes encapsulantes procedeu-se da seguinte maneira: O amido modificado foi solubilizado em água destilada aquecida a 80 °C e a maltodextrina e a goma arábica foram solubilizadas em água destilada à temperatura ambiente. Após a solubilização individual das matrizes, estas foram misturadas e permaneceram por um período de 24 horas em repouso para hidratação, conforme recomendação da literatura (SILVA, 1999).

**Tabela 3: Composição das emulsões preparadas para microencapsulamento**

Componentes	Composição das matrizes encapsulantes -formulação- (%)		
	1	2	3
Maltodextrina	36	36	36
Capsul	10	0	5
Goma Arábica	0	10	5
Água	44	44	44
Óleo	10	10	10

Na etapa seguinte, após 24 horas de hidratação, foi feita a adição do óleo e procedeu-se a homogeneização durante 10 minutos, por meio de um homogeneizador de laboratório de alta velocidade de rotação.

### **3.3.2 Secagem**

#### **3.3.2.1 Em leito fluidizado de partículas inertes**

Para realizar a secagem da emulsão no leito fluidizado, uma massa de 400g de partículas inertes foi colocada na coluna de fluidização, formando o leito de partículas. Depois da montagem do equipamento de secagem, foi acionado o soprador de ar com vazão controlada por meio de válvulas e medida através de placa de orifício.

O aquecimento do ar na temperatura desejada para cada ensaio, foi realizado por resistência elétrica, e o controle desta temperatura por um controlador proporcional. Após todos os ajustes o equipamento permanecia em funcionamento por aproximadamente 1 hora para estabilização das condições de operação pré-estabelecidas para cada ensaio.

Passado o tempo de estabilização do sistema, a emulsão foi alimentada a 0,35m da base da coluna com vazão em torno de 0,018mL/s.

A operação de secagem no leito fluidizado (jorro) ocorreu em três diferentes temperaturas de ar, 40, 60 e 80 °C.

Amostras dos pós coletados na saída do ciclone, foram imediatamente submetidas as análises de umidade e óleo superficial enquanto o restante foi acondicionado em vidros rigorosamente vedados e armazenados sob refrigeração ao abrigo da luz, para as análises complementares.

#### **3.3.2.2 Em secador por atomização**

Para a realização do processo de secagem da emulsão por atomização, a emulsão obtida foi injetada na câmara de secagem por meio de um bico atomizador com diâmetro de saída de 0,5 mm e vazão de alimentação da emulsão igual a 0,23 mL/s. A temperatura de operação na secagem, controlada por um controlador do tipo PID, foi de 190 °C do ar de entrada e 120 °C para o ar de saída, para todos os ensaios realizados deste equipamento.

Igualmente como no caso da secagem em leito fluidizado (jorro), amostras dos pós coletados na saída do ciclone do atomizador, foram imediatamente submetidas as análises de umidade e óleo superficial enquanto o restante foi acondicionado em vidros rigorosamente vedados e armazenados sob refrigeração ao abrigo da luz, para as análises complementares.



### **3.4 Análises**

#### **3.4.1 Teor de umidade**

O teor de umidade das amostras do material seco foi determinado procedendo-se da seguinte maneira; uma massa conhecida do material seco, pesada em balança analítica, foi colocada em estufa a temperatura de 105 °C por 5 horas. Decorrido esse tempo às amostras foram novamente pesadas e o teor de umidade foi então determinado por diferença de peso.

#### **3.4.2 Determinação de óleo total**

Para determinação do conteúdo de óleo total nas amostras do material seco (pó), foi utilizado o método 43.1.14 da AOAC (1995) para determinação de óleos voláteis em condimentos. O teor de óleo total se refere ao óleo presente na superfície e no interior das microcápsulas que constituem o material seco particulado coletado nos secadores. Para tal seguiu-se o procedimento descrito a seguir.

Foram adicionados aproximadamente 500mL de água destilada a uma massa de aproximadamente 5g de amostra do pó em um balão de destilação de 1,0 L, conectado a um hidrodestilador de Clevenger modificado e este a um condensador (GOTTLIEB & MAGALHÃES, 1960). Depois de tudo conectado e devidamente vedado, o balão foi aquecido através de uma manta de aquecimento, após o sistema entrar em ebulição a operação de destilação continuou por 3 horas.

O óleo de laranja extraído, arrastado pelo vapor, foi recolhido em 4,0mL de xileno previamente adicionado ao braço coletor do extrator, separando-se em duas fases, uma orgânica e outra aquosa. Ao final da destilação a fase aquosa foi descartada e a fase orgânica foi recolhida em um recipiente vedado e armazenada sob refrigeração, ao abrigo da luz para posterior análise. A fase orgânica formada pelo xileno e o óleo de laranja extraído foi submetida à análise por cromatografia gasosa, utilizando um cromatógrafo marca Hewlett Packard modelo 5890 série II com coluna cromatográfica HP05 de 0,25 mm de espessura, diâmetro interno de 0,32 mm e 30 m de comprimento, operando isotermicamente a 100 °C e razão de alimentação 1:100 (split 1:100).

#### **3.4.3 Determinação de óleo superficial**

A determinação da quantidade de óleo superficial da amostra de pó seco foi obtida por meio da lavagem das microcápsulas com hexano. A metodologia aplicada, descrita por SANKARIKUTTY *et al.* (1998), consistiu em adicionar 50 mL de hexano a uma amostra de aproximadamente 6g contida em um becher de 250 mL, sob leve agitação para evitar possível destruição do material, por um período de 10 a 15 minutos. Após um intervalo de tempo de 10 minutos em repouso, para decantação das partículas, a suspensão foi submetida à filtração à vácuo. O papel de filtro e o becher ambos com pó foram mantidos em estufa a temperatura de 105 °C por 5 horas. Após a retirada do material da estufa, o becher e o papel de filtro permaneceram em um dessecador até atingirem a temperatura ambiente. A quantidade de óleo presente na superfície das microcápsulas foi determinada por diferença do peso antes e após a retirada da estufa.

#### **3.4.4 Morfologia das microcápsulas**

Para realização desta análise, as amostras das microcápsulas ficaram em estufa a 60 °C por um período de 7 dias, para remoção total da umidade.

Após esta etapa de secagem total, uma quantidade diminuta (aproximadamente 100 mg) de material foi fixada em pequenos suportes (stubs) por meio de uma fita adesiva de carbono e então recoberta com ouro. Este recobrimento foi realizado no aparelho “Sputter Coater” modelo SCD 50-BALTEC.

Os stubs contendo as amostras recobertas foram colocados na câmara do microscópio, tipo STEREOSCAN 200 e submetidos à um vácuo de  $10^{-5}$  Torr de pressão. As condições de operação do microscópio foram: aceleração de voltagem igual a 25 KV e distância da amostra de 18 mm.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

No decorrer deste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados das análises efetuadas para caracterizar as microcápsulas de óleo de laranja, produzidas em secador de leite jorro e em secador por atomização “spray dryer”.

Inicialmente serão apresentados os resultados relativos à caracterização das microcápsulas obtidas nos dois equipamentos a partir da análise quantitativa da retenção de óleo. Posteriormente, serão apresentados os resultados relativos à análise morfológica das microcápsulas, através dos quais pretende-se obter informações adicionais sobre a influência da temperatura, dos agentes encapsulantes e do tipo de secador no microencapsulamento de óleo de laranja.

### 4.1 Caracterização das microcápsulas

A caracterização das microcápsulas obtidas via leite de jorro e via atomização foi feita através da determinação dos teores de umidade, óleo superficial, óleo total, óleo interno e taxa de retenção interna. Todos os ensaios foram feitos em triplicata e para cada teste foram utilizados 5,0g de amostra.

O teor de óleo interno foi obtido subtraindo-se a quantidade de óleo retido na superfície das microcápsulas da quantidade do óleo total; a taxa de retenção interna foi calculada a partir da razão entre estas quantidades.

Nas Tabelas 4, 5 e 6 estão apresentados os resultados do microencapsulamento via leite de jorro e via atomização para as diferentes formulações utilizadas. Estes resultados, como aqueles obtidos por SILVA (1999) e SOUZA *et al.* (1999), indicam mais uma vez, que o encapsulamento em leite de jorro é uma técnica que pode ser considerada viável e uma alternativa interessante para substituir o secador por atomização, em determinadas condições.

**Tabela 4.** Resultados das análises das microcápsulas produzidas em leite de jorro e spray dryer para a formulação 1: (36% Maltodextrina, 10% Capsul)

Tipo de secador	Temperatura de secagem (°C)	Umidade (%)	Óleo Total (%)	Óleo Superficial (%)	Óleo Interno (%)	Taxa de Retenção Interna (%)
Leito de jorro	40	6,06	83,62	34,34	49,280	58,93
	60	4,74	86,01	14,28	71,73	83,40
	80	3,11	90,64	7,48	83,16	91,75
Spray-dryer	190	2,16	93,30	5,49	87,81	94,12

**Tabela 5.** Resultados de análises das microcápsulas produzidas em leite de jorro e spray dryer para a formulação 2: (36% Maltodextrina, 10% Goma arábica)

Tipo de secador	Temperatura de secagem (°C)	Umidade (%)	Óleo Total (%)	Óleo Superficial (%)	Óleo Interno (%)	Taxa de Retenção Interna (%)
Leito de jorro	40	6,71	89,89	35,94	53,95	60,02
	60	4,53	89,29	30,96	58,33	65,33
	80	4,03	90,94	19,52	71,42	78,54
Spray-dryer	190	3,15	90,02	10,35	79,67	88,50

**Tabela 6.** Resultados de análises das microcápsulas produzidas em leito de jorro e spray dryer para a formulação 3: (36% Maltodextrina, 5% Goma arábica e 5% Capsul)

Tipo de secador	Temperatura de secagem (°C)	Umidade (%)	Óleo Total (%)	Óleo Superficial (%)	Óleo Interno (%)	Taxa de Retenção Interna (%)
Leito de jorro	40	8,87	90,29	23,11	67,18	74,40
	60	7,87	85,06	14,69	70,37	82,73
	80	4,82	91,88	15,46	76,42	83,17
Spray-dryer	190	3,44	92,01	8,32	83,69	90,96

Neste trabalho, os valores obtidos para os teores de retenção interna de óleo das microcápsulas obtidas em jorro são semelhantes aos obtidos para o microencapsulamento via atomização, quando a temperatura utilizada foi de 80 °C, o que confirma a consideração anterior.

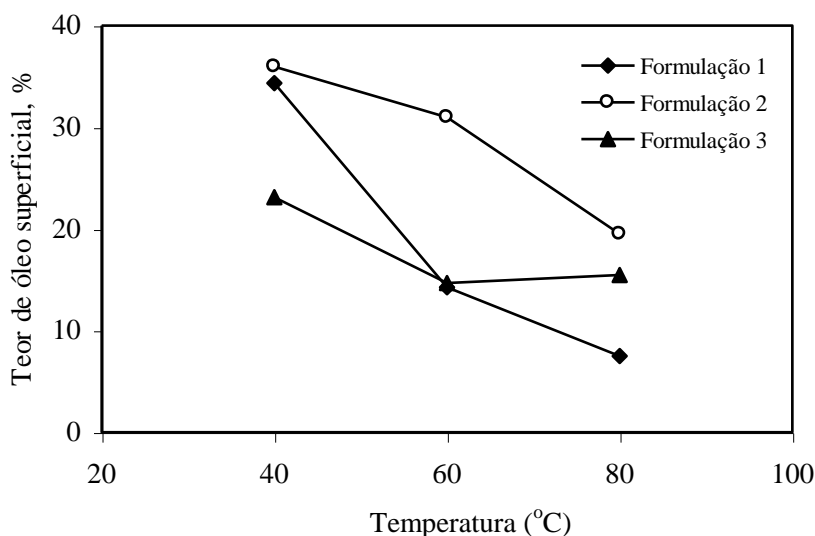
#### 4.1.1 Influência da temperatura de secagem

O efeito da temperatura é marcante nos resultados obtidos para a caracterização das microcápsula. O teor de umidade e o teor de óleo superficial diminuíram com o aumento da temperatura independente da formulação empregada. Estes resultados estão em acordo com aqueles obtidos por ANKER & REINECCIUS (1998), para o microencapsulamento de óleo de laranja em atomizador. Os teores de óleo total e interno, em consequência, apresentaram valores que aumentaram com o aumento da temperatura. Nas temperaturas mais baixas, a secagem se processa em um tempo mais longo e, em consequência, a formação da película encapsulante se retarda ocasionando perdas dos compostos voláteis – componentes principais do óleo de laranja. Apesar de não apresentar resultados quantitativos, Souza *et al.* (1999), estudaram o microencapsulamento de óleo de laranja em leito de jorro, observaram que o rendimento do microencapsulamento tende a aumentar com o aumento da temperatura de secagem, o que acredita os nossos resultados.

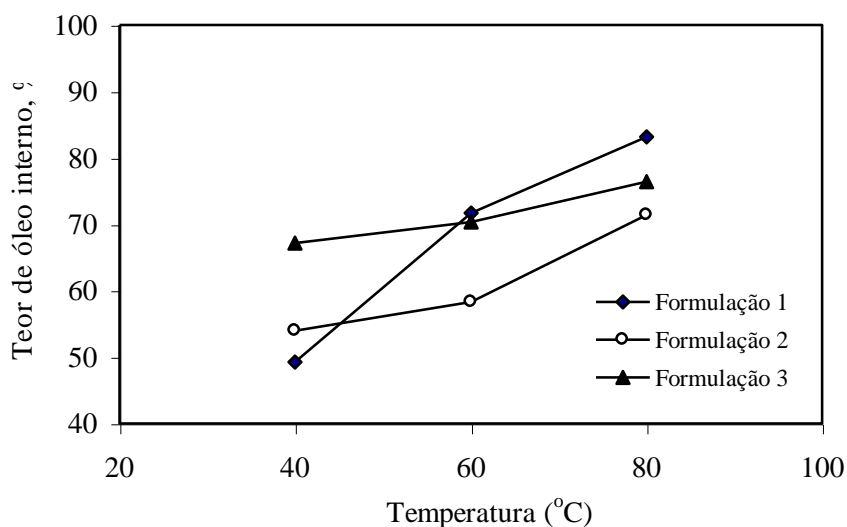
É interessante ressaltar que, no microencapsulamento de óleo de laranja por atomização, segundo dados de CHUMPITAZ (1995) e ABURTO *et al.* (1998), não foi observada dependência significativa da retenção de óleo com a temperatura, ao contrário do que foi observado neste trabalho e nos trabalhos de SILVA (1999) e SOUZA *et al.* (1999), nos quais se utilizou leito de jorro com partículas inertes.

#### 4.1.2 Influência dos diferentes agentes encapsulantes

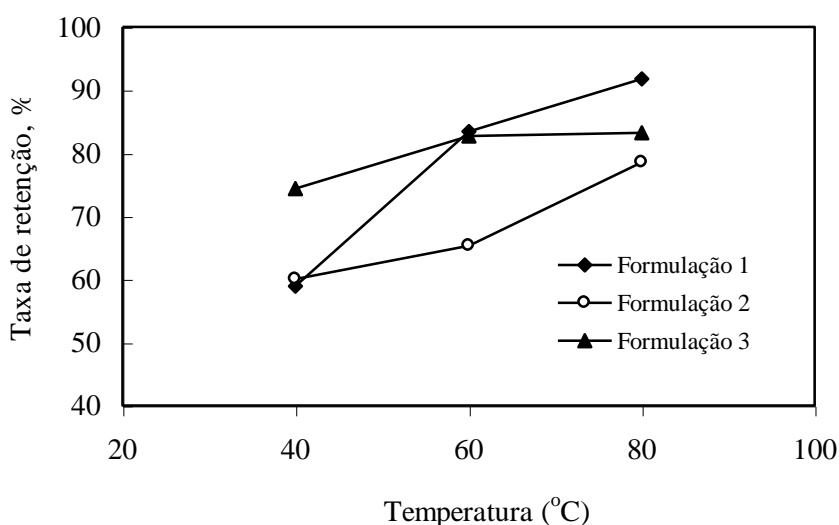
Nas Figuras 5, 6 e 7 estão apresentados os teores de óleo superficial, interno e a taxa de retenção em função da temperatura para as diferentes formulações, valores estes retirados das Tabelas 4, 5 e 6.



**Figura 5.** Teor de óleo superficial em função da temperatura do ar de secagem para as diferentes formulações.



**Figura 6.** Teor de óleo interno em função da temperatura do ar de secagem para as diferentes formulações utilizadas.



**Figura 7.** Taxa de retenção de óleo em função da temperatura do ar de secagem para as diferentes formulações utilizadas.

Observa-se que o comportamento das diferentes formulações, no que se refere aos teores de óleo superficial, óleo interno e taxa de retenção, é distinto na temperatura de 80°C. No entanto, verifica-se que as formulações 1 e 3 se assemelham na temperatura de 60 °C e as formulações 1 e 2 se assemelham na temperatura de 40 °C. Estes resultados indicam que as formulações afetam a retenção de óleo e que este efeito está intimamente ligado à temperatura.

As formulações 1 e 2 se diferenciam por conterem Capsul<sup>®</sup> ou goma arábica; assim, é razoável supor que estes agentes apresentam comportamento idêntico a baixa temperatura (40°C), não influenciando o microencapsulamento quando adicionados à maltodextrina.

As formulações 1 e 3 se distinguem por conterem, como agentes diferenciadores, a primeira, Capsul<sup>®</sup> e a outra, Capsul<sup>®</sup> e goma arábica. Estes agentes têm comportamento semelhante na temperatura de 60°C, o que sugere a possibilidade de serem substituídos, ou



seja, a matriz encapsulante pode ser preparada, adicionando à maltodextrina somente Capsul<sup>®</sup> ou uma mistura de capsul e goma arábica, mantendo as mesmas proporções apresentadas anteriormente.

Na temperatura de 80°C, estas formulações (1 e 3) deixam de se comportar de forma semelhante, indicando que o agente encapsulante dominante é o Capsul<sup>®</sup>, já que nesta temperatura a formulação 1 foi a que apresentou maior índice de retenção de óleo. Estes resultados estão de acordo com aqueles apresentados por CHUMPITAZ (1995) e ABURTO *et al.* (1998) conforme indicado na revisão da literatura, para o microencapsulamento de óleo de laranja via atomização.

A formulação 2, contendo apenas goma arábica como componente diferenciador, apresentou o pior desempenho frente as outras duas formulações, nas temperaturas de 60 e 80°C. Na temperatura de 40 °C, no entanto, seu comportamento é similar ao da formulação 1, que contém capsul como agente encapsulante diferenciador.

Observou-se que as formulações que contém goma arábica como agente encapsulante produziram microcápsulas com maior teor de óleo superficial e menor índice de retenção interna de óleo, comparadas com as microcápsulas obtidas da emulsão que continha apenas capsul e maltodextrina. Isto provavelmente deve-se ao fato de que a goma arábica produz emulsões com menor viscosidade do que aquelas que só contém o capsul e a maltodextrina, retendo assim uma quantidade menor de óleo, como citado por ABURTO *et al.* (1998), que utilizaram estes mesmos agentes encapsulantes para a produção de microcápsulas de óleo de laranja.

O processo de encapsulamento via atomização apresentou as maiores taxas de retenção interna de óleo, além do menor índice de óleo superficial e umidade final das amostras, quando comparados com o encapsulamento realizado em leito de jorro.

De um modo geral, as formulações 1, 2 e 3 tiveram comportamento similar nos dois secadores, o que pode ser verificado quando se comparam os resultados obtidos na secagem via atomização com aqueles obtidos em leito de jorro a 80°C.

A formulação 1, pode ser considerada aquela que apresentou melhor desempenho geral nos dois secadores, considerando as temperaturas de 60 e 80 °C utilizadas no secador em leito de jorro. Esta constatação confirma o melhor comportamento do Capsul<sup>®</sup> frente aos outros agentes encapsulantes utilizados.

## **4.2 Análise morfológica das microcápsulas**

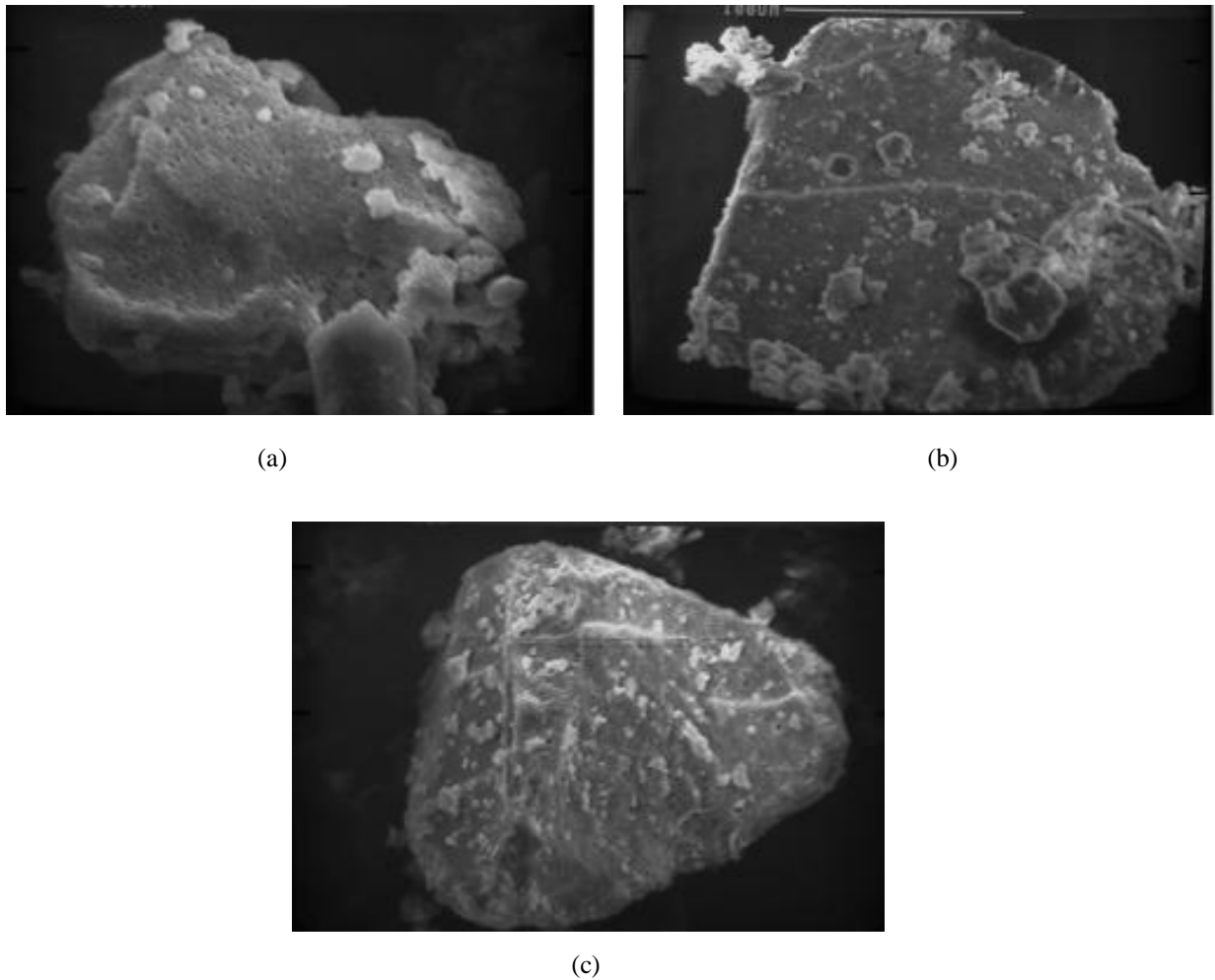
A seguir serão apresentadas as fotomicrografias, obtidas através de microscópio eletrônico de varredura. Estes ensaios foram feitos para verificar o efeito dos agentes encapsulantes e da temperatura na formação das microcápsulas, bem como avaliar a influência do tipo de secador utilizado.

Para avaliar o encapsulamento, ou seja, a presença do óleo, foram preparadas amostras controle sem óleo, utilizando tanto um secador como o outro.

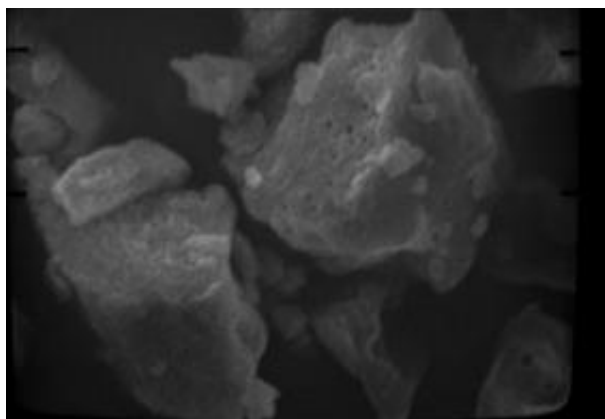
A análise morfológica das microcápsulas obtidas nos dois secadores, indicou diferenças na superfície das cápsulas obtidas. Aquelas obtidas em leito de jorro se mostraram bastante irregulares, apresentando aspecto poroso acentuado, aquelas obtidas em secador por atomização, se mostraram mais arredondadas apresentando buracos na superfície como se fossem minúsculas bolhas explodidas. Estas diferenças estão relacionadas com a formulação, temperatura, e a técnica utilizada para obtenção das microcápsulas.

#### 4.2.1 Microcápsulas obtidas através da secagem em leito de jorro

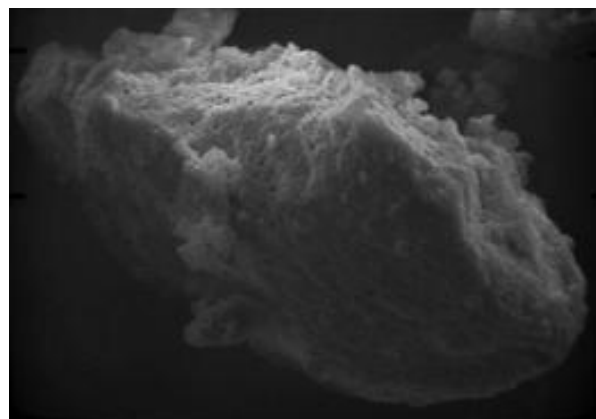
Nas figuras 8, 9 e 10 estão apresentadas as fotomicrografias das microcápsulas obtidas através da secagem em leito de jorro, considerando as diferentes temperaturas e as três formulações (contendo óleo) e, respectivamente, nas figuras 11, 12 e 13 estão as fotomicrografias das amostras controle.



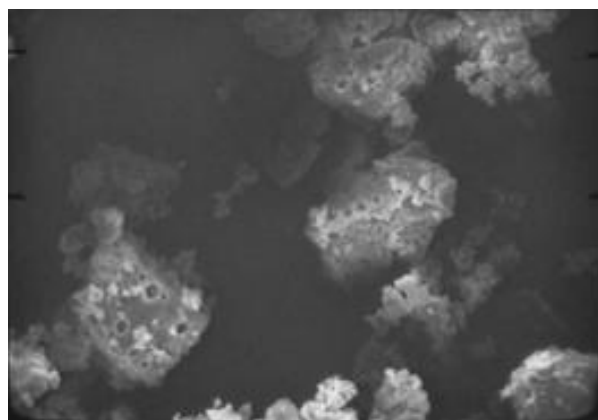
**Figura 8.** Fotomicrografias das microcápsulas produzidas com a formulação 1 em leito de jorro, nas temperaturas de 40 °C (a), 60°C (b), 80 °C (c), com aumento de 470 (a), 450 (b), 450 (c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.



(a)

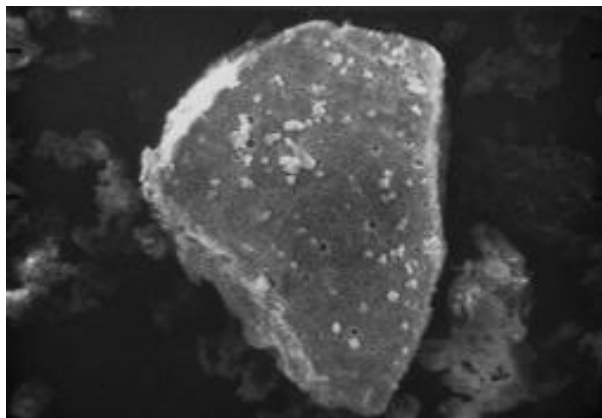


(b)

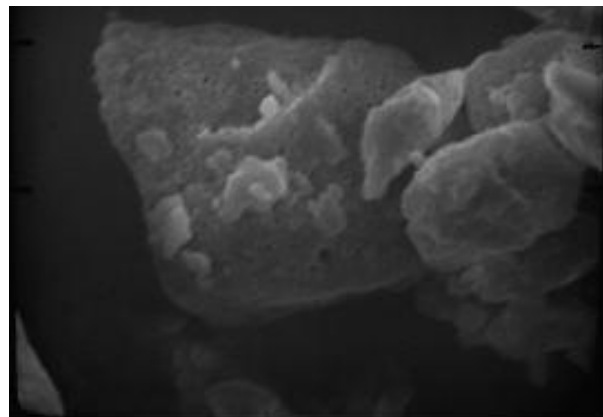


(c)

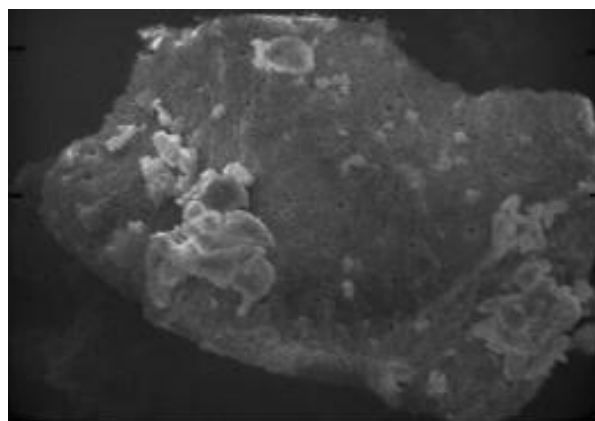
**Figura 9.** Fotomicrografias das microcápsulas produzidas com a formulação 2, via leito de jorro, nas temperaturas de 40 °C (a), 60°C (b) e 80 °C (c) , com aumento de 500 (a), 520 (b), 400 (c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.



(a)

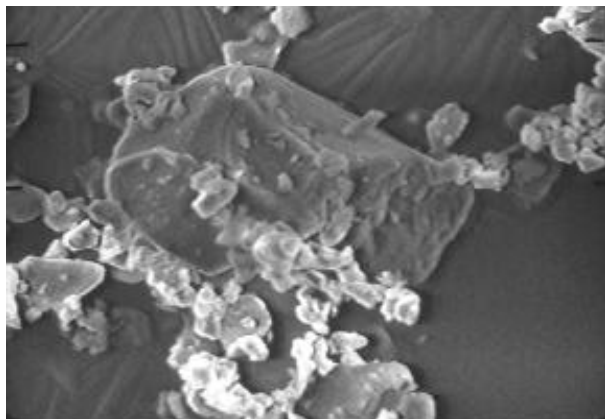


(b)

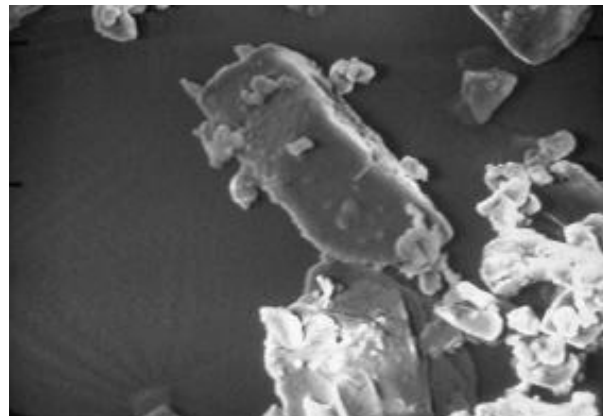


(c)

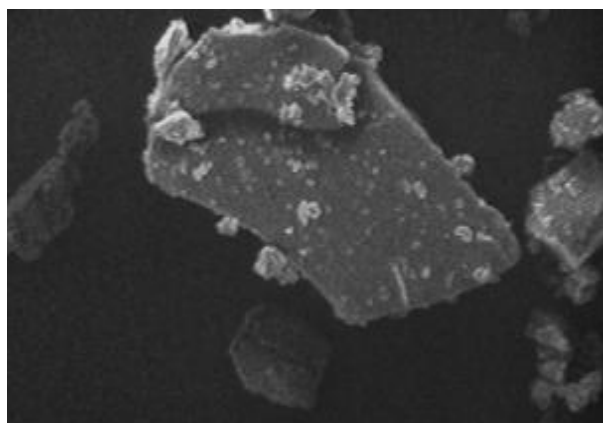
**Figura 10.** Fotomicrografias das microcápsulas produzidas com a formulação 3 em leite de jorro, nas temperaturas de 40 °C (a), 60 °C (b) , 80 °C (c) e com aumento de 450 (a), 460 (b), 500 (c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.



(a)

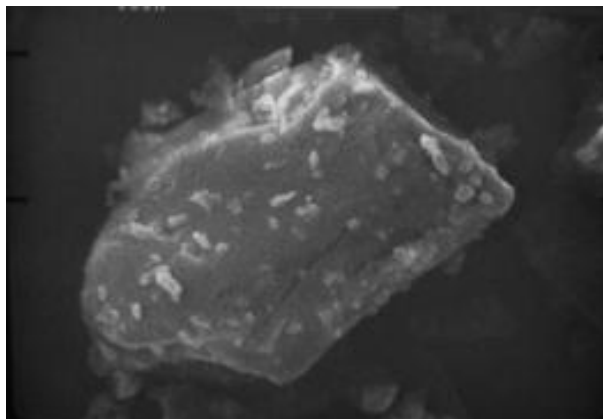


(b)

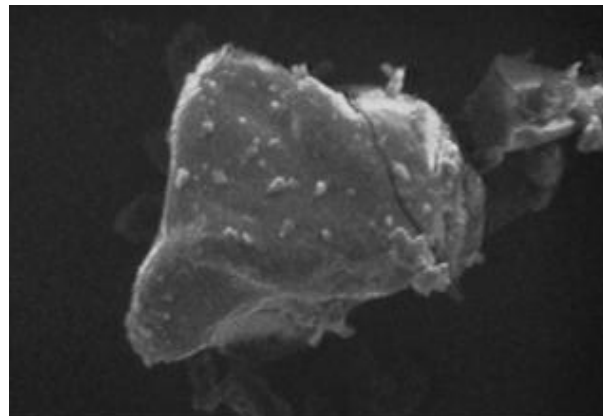


(c)

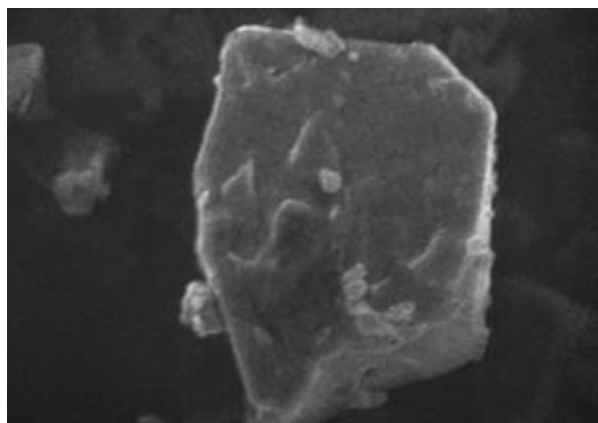
**Figura 11.** Fotomicrografias de microcápsulas produzidas em leite de jorro na formulação 1, da amostra controle (sem óleo) nas temperaturas de 40 (foto a), 60 (foto b) e 80 °C (foto c) e aumento de 400 (a), 400 (b) e 430 (c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.



(a)

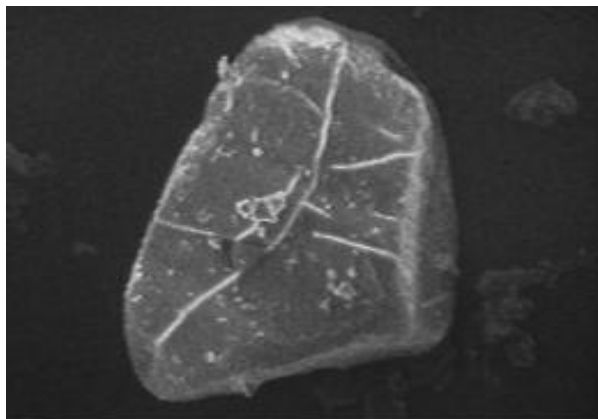


(b)

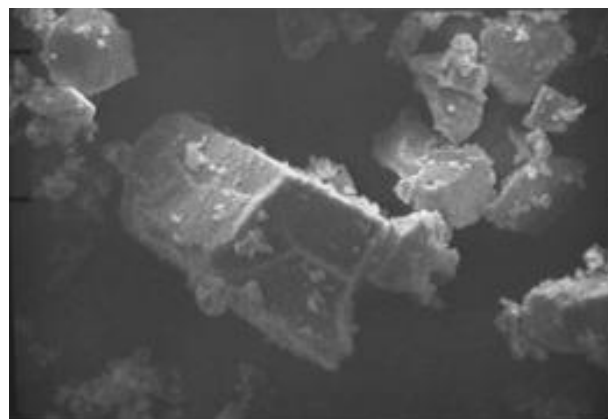


(c)

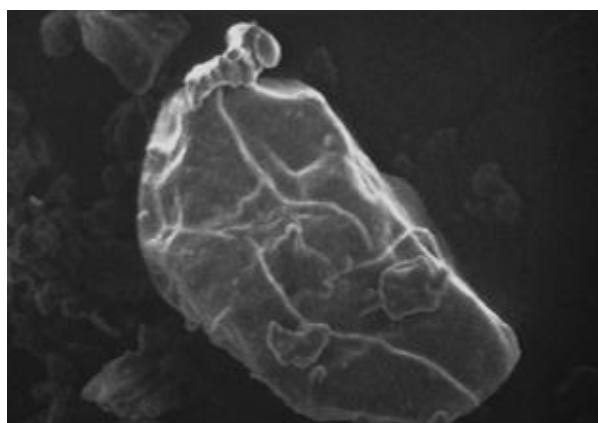
**Figura 12.** Fotomicrografias das microcápsulas produzidas em leite de jorro na formulação 2, da amostra controle (sem óleo) nas temperaturas: 40 (a), 60 (b) e 80 °C (c) e com aumento de 650 (a), 650 (b) e 650 (c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.



(a)



(b)



(c)

**Figura 13.** Fotomicrografias das microcápsulas produzidas em leite de jorro na formulação 3, da amostra controle (sem óleo) nas temperaturas de 40 (foto a), 60 (foto b) e 80°C (foto c), e com aumento de 700 (a), 650 (b) e 700 (c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.

Comparando-se as fotomicrografias das amostras com óleo (Figuras 8, 9 e 10) e das amostras controle sem óleo (Figuras 11, 12 e 13), para todas as formulações e temperaturas utilizadas, observou-se que as paredes das microcápsulas que contém óleo possuem buracos e pequenas câmaras. Naquelas sem óleo, fica evidente a ausência de buracos na superfície e no interior das paredes das microcápsulas, o que pode ser um indicativo que o óleo se deposita nestes buracos.

Comparando-se estas fotomicrografias com os resultados obtidos pelas análises quantitativas de teor de óleo contido nas microcápsulas, para todas as formulações e em todas as temperaturas de secagem (Tabelas 4, 5 e 6), é aceitável supor que estes buracos sejam os locais onde o óleo fica retido nas microcápsulas.

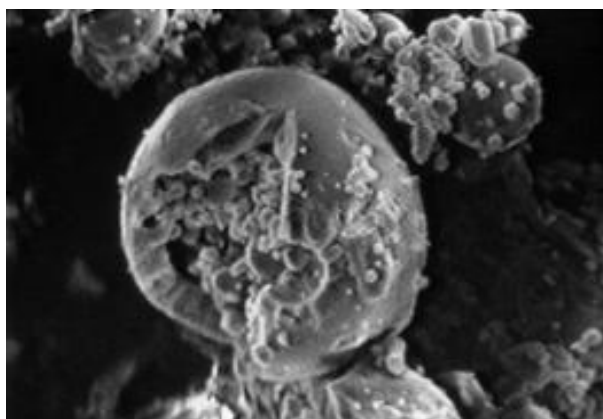
Em uma mesma temperatura, para cada formulação utilizada, observou-se diferente distribuição dos buracos das microcápsulas, bem como uma irregularidade bastante acentuada na forma das microcápsulas, em todas as amostras obtidas, independentemente da formulação utilizada.

Tanto o tamanho como a distribuição dos buracos na superfície das microcápsulas obtidas com diferentes formulações parecem estar relacionados com o tipo de agente encapsulante, refletindo tanto no teor de óleo interno como no teor de óleo superficial, como pode ser constatado pela análise dos resultados das Tabelas 4, 5 e 6.

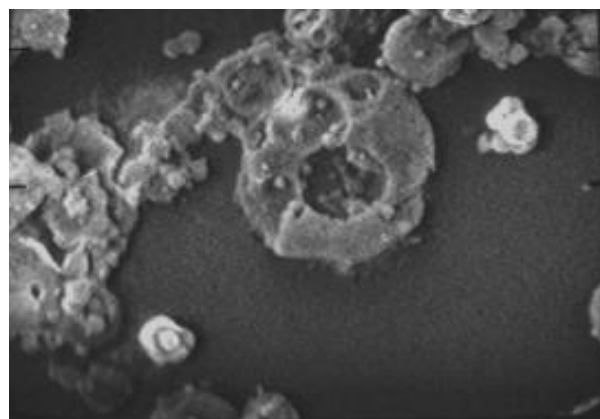
#### **4.2.2 Microcápsulas obtidas através da secagem por atomização “spray dryer”**

O formato das microcápsulas obtidas via secagem por atomização é diferente das anteriores obtidas em leito de jorro, como pode ser verificado através das Figuras 14 e 15. Observou-se espaços no interior das microcápsulas que, provavelmente, são os espaços onde o óleo se encontra, já que nas amostras controle, as superfícies não apresentam buracos e o formato das cápsulas é bastante diferenciado.

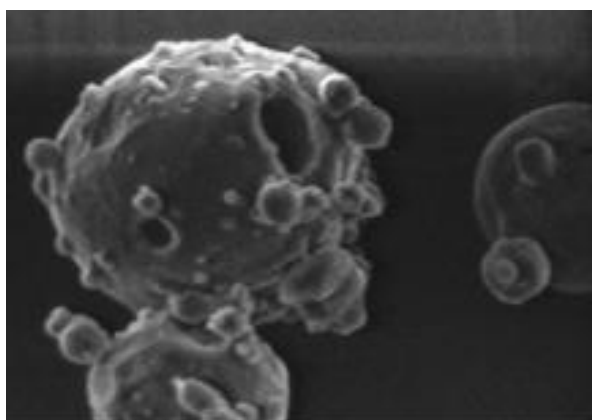




(a)

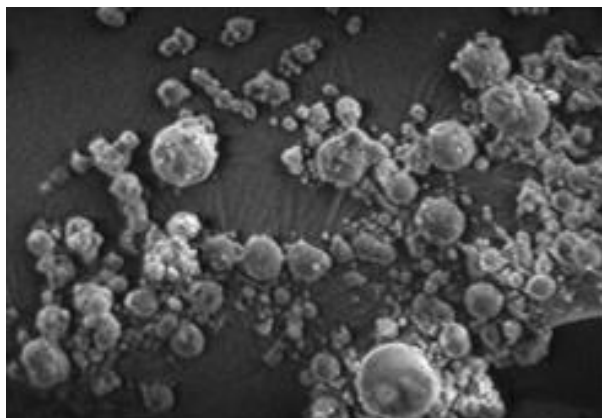


(b)

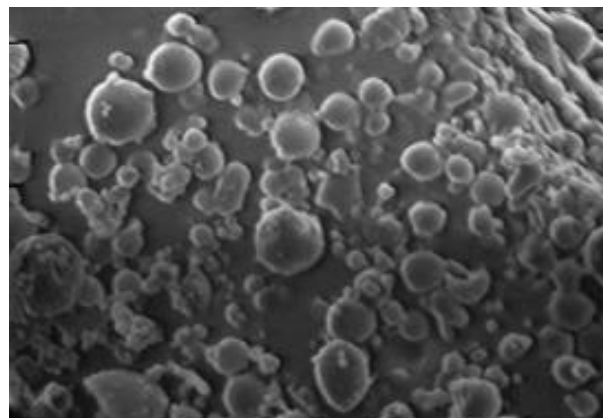


(c)

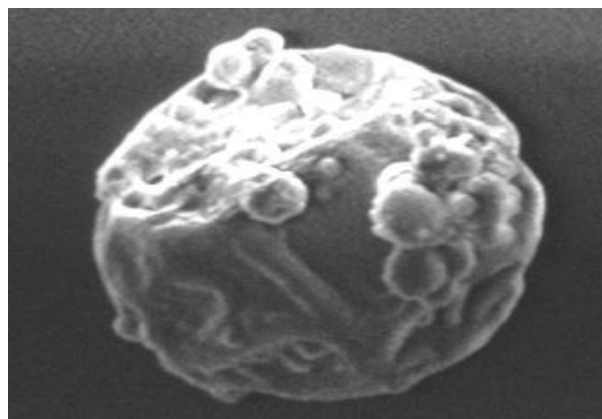
**Figura 14.** Fotomicrografias de microcápsulas produzidas via atomização “spray dryer” a temperatura de 190 °C, nas formulações: 1 (foto a), 2 (foto b) e 3 (foto c). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura, com aumento de 500 (a), 450 (b) e 530 (c).



(a)



(b)



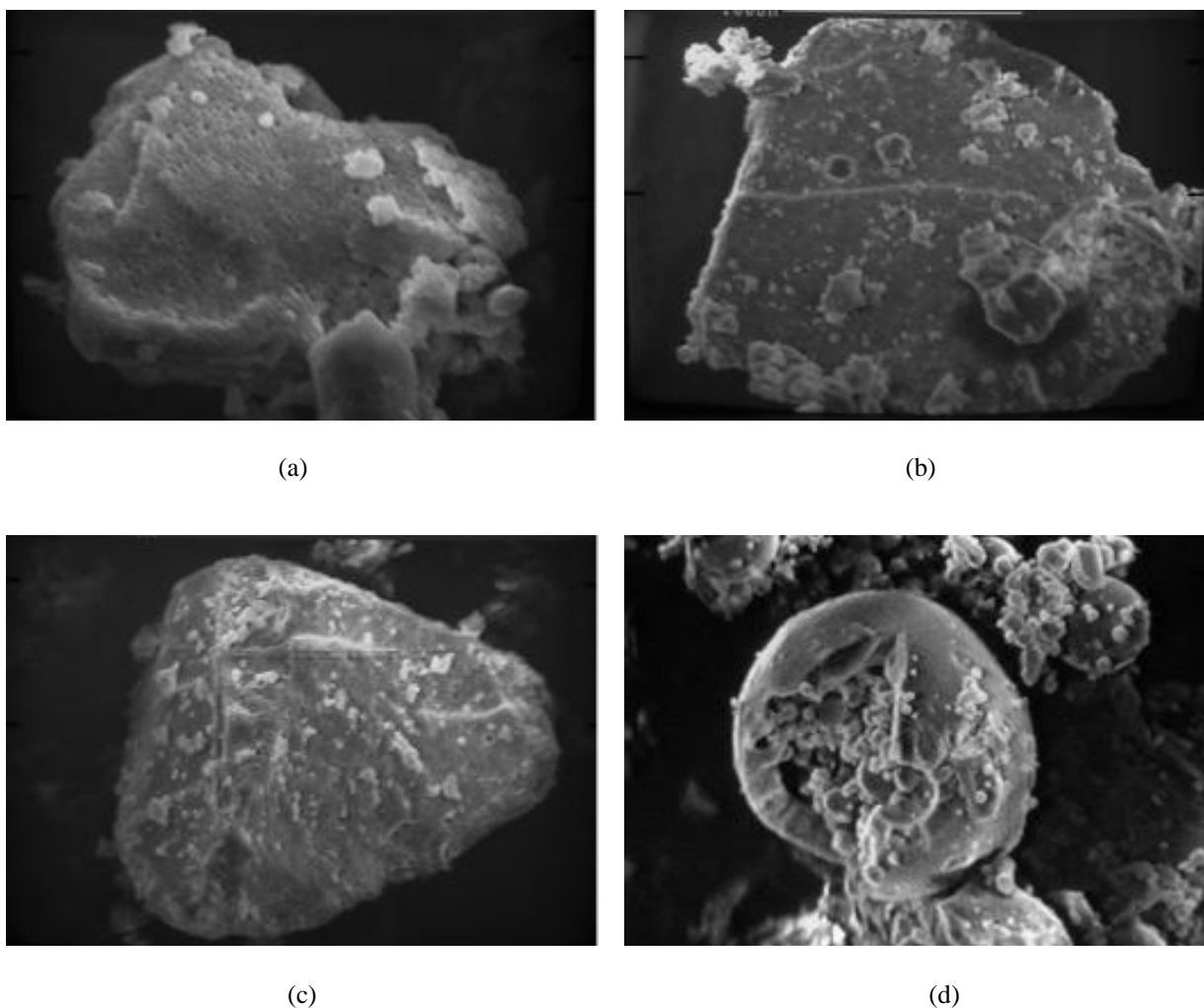
(c)

**Figura 15.** Fotomicrografias de microcápsulas produzidas via atomização “spray dryer” a temperatura de 190 °C, nas formulações: 1 (foto a), 2 (foto b) e 3 (foto c), e aumento de 400 (a), 400 (b) e 600 (c) para amostra controle (sem óleo). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura.

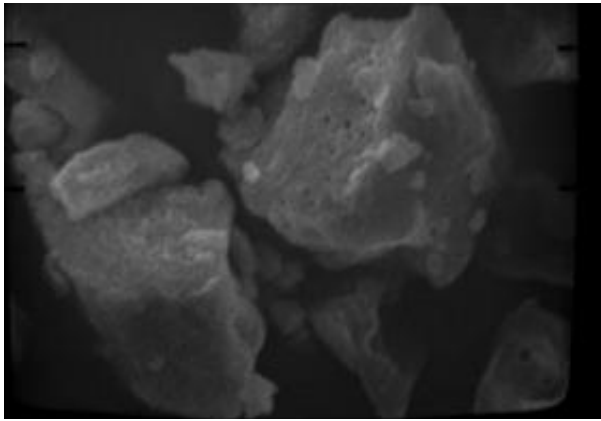
#### 4.2.3 Microcápsulas obtidas em leito de jorro e através da secagem por atomização

Quando comparadas as fotomicrografias das microcápsulas obtidas via secagem em leito fluidizado de jorro, com as obtidas via secagem por atomização, para as diferentes temperaturas e formulações usadas neste trabalho, observou-se através das Figuras 16, 17 e 18, que a morfologia superficial das cápsulas é distinta; os buracos onde se supõe que o óleo esteja retido, são diferentes e apresentam distribuição heterogênea.

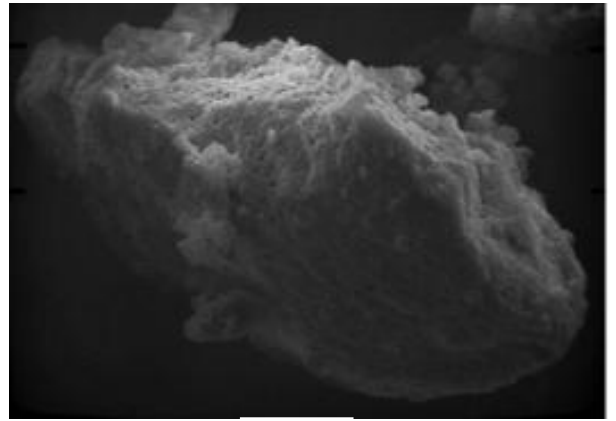
Estas diferenças morfológicas parecem ter ligação direta com as características de cada processo, considerando formulação, temperatura e tipo de equipamento de secagem.



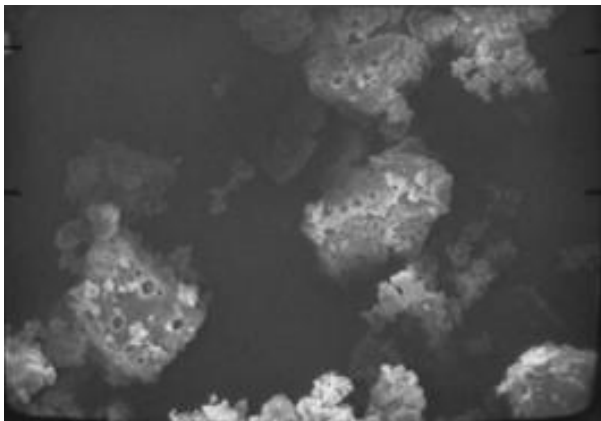
**Figura 16.** Fotomicrografias de microcápsulas produzidas em leito de jorro e via atomização “spray dryer” na formulação 1, nas temperaturas de 40 (a), 60 (b) e 80 °C (c), e 190 °C para o “spray dryer” (d). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura, com aumento de 470 (a), 450 (b), 450 (c) e 500 (d).



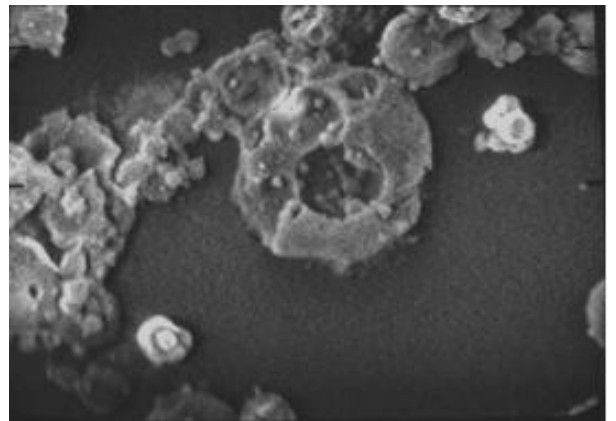
(a)



(b)

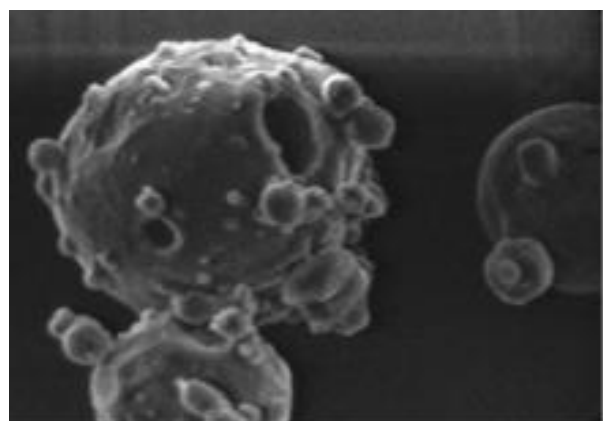
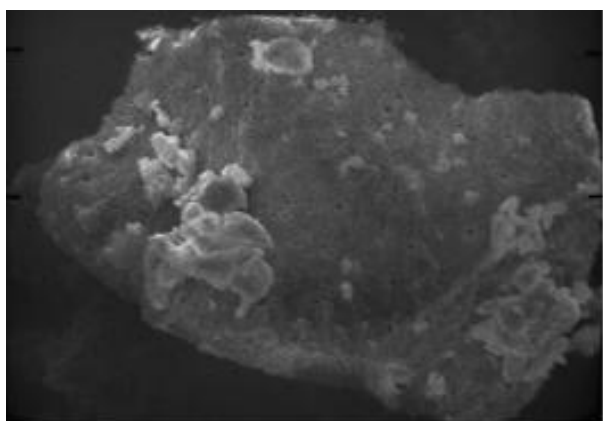
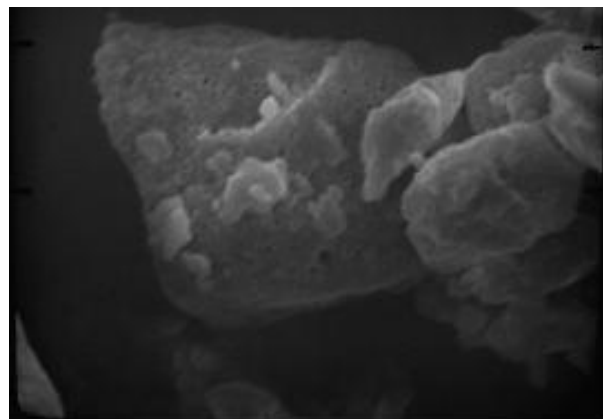
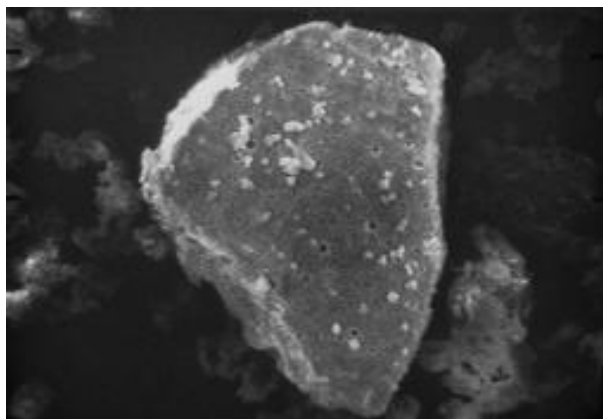


(c)



(d)

**Figura 17.** Fotomicrografias de microcápsulas produzidas em leite de jorro e via atomização “spray dryer” na formulação 2, nas temperaturas de 40 (a), 60 (b) e 80 °C (c), e 190 °C para o “spray dryer” (foto d). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura, com aumento de 500 (a), 520 (b), 400 (c) e 450 (d).



(c)

(d)

**Figura 18.** Fotomicrografias de microcápsulas produzidas via leito de jorro e via atomização “spray dryer” na formulação 3, nas temperaturas de 40 (a), 60 (b) e 80 °C (c), e 190 °C para “spray dryer” (d). Imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura, com aumento de 450 (a), 460 (b), 500 (c) e 530 (d).

## 5. CONCLUSÕES

Com base nos objetivos estabelecidos inicialmente para este estudo, quais sejam: avaliar a influência da temperatura e do material encapsulante no microencapsulamento de óleo de laranja em leite de jorro e comparar os resultados com aqueles obtidos em secador por atomização (spray dryer), são apresentadas as conclusões a seguir.

O aumento da temperatura do ar de secagem no secador em leite de jorro, influenciou na retenção de óleo reduzindo o teor de umidade e de óleo superficial e aumentando a taxa retenção interna de óleo.

As formulações contendo capsul apresentaram melhores resultados na retenção de óleo interno exibindo comportamento idêntico a 60°C e se diferenciando nas outras temperaturas estudadas; aquela que continha apenas Capsul<sup>®</sup> e maltodextrina (formulação 1), apresentou maior taxa de retenção na temperatura de 80°C, a que continha Capsul<sup>®</sup>, goma arábica e maltodextrina (formulação 3), apresentou maior taxa de retenção na temperatura de 40°C.

A formulação 2 contendo maltodextrina e goma arábica apesar de, na temperatura de 40°C, apresentar comportamento semelhante a formulação 1 (maltodextrina e Capsul<sup>®</sup>), exibiu o pior desempenho entre todas as formulações utilizadas.

De um modo geral, o processo de encapsulamento via atomização apresentou as maiores taxas de retenção interna de óleo, além do menor índice de óleo superficial e umidade final das amostras, quando comparados com o encapsulamento realizado em leite de jorro, no entanto, as formulações 1, 2 e 3 estudadas, apresentaram comportamento similar nos dois secadores a 80°C.

A análise morfológica das microcápsulas obtidas nos dois secadores, indicou diferenças na superfície das cápsulas obtidas. Quando as fotomicrografias das microcápsulas obtidas para as diferentes temperaturas e formulações usadas neste trabalho são comparadas, observa-se que a morfologia superficial das cápsulas é distinta; os buracos onde se supõe que o óleo esteja retido, são diferentes e apresentam distribuição heterogênea. Estas diferenças morfológicas parecem ter ligação direta com as características de cada processo, considerando formulação, temperatura e tipo de equipamento de secagem.

## **6. PERSPECTIVAS**

De acordo com as observações feitas durante o desenvolvimento deste trabalho e os resultados obtidos, são propostas de investigação para novos trabalhos:

- avaliar a taxa de liberação (release) de material encapsulado em leite fluidizado de partículas inertes (jorro), e em secador por atomização (spray dryer).

- fazer um estudo minucioso sobre a estrutura porosa das microcápsulas obtidas via leite de jorro e sua influência na retenção e estabilidade das microcápsulas formadas

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABURTO, L.C.; TAVARES, D.Q.; MARTUCCI, E.T. Microencapsulação de óleo essencial de laranja. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas-SP, Janeiro- Abril, v. 18, n. 1, p. 45-48, 1998.
- ANANDARAMAN, S.; REINECCIUS, G. A. Stability of encapsulated orange peel oil: the dextrose equivalent (DE) of the maltodextrin used to encapsulate orange peel oil determines how much flavor protection is provided. **Food Technology**. November, p.88-93, 1986.
- ANKER, M.H.; REINECCIUS, G.A. Encapsulated orange oil: influence of spray dryer air temperatures on retention and shelf life. IN: REINECCIUS, G. A.; RISCH, S. J. Flavor encapsulation. **ACS Symposium series**, American Chemical Society, Washington, DC: v. 370, p. 78-86, 1988.
- ARAÚJO, J. M. A. Química de alimentos: teoria e prática. Editora UFV, Universidade Federal de Viçosa, MG, 2ed., p. 127-136, 1999.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS- Official Methods of Analysis of the AOAC, 16 ed., Washington, **Assoc. Off. Agric. Chem.**, 1995.
- BAKAN, J.A. Microencapsulation of foods and related products. **Food Technology**. November, p.34-44, 1973.
- BANGS, W. E.; REINECCIUS, G. A. Characterization of selected materials for lemon oil encapsulation by spray drying. **Journal food Science**, **September- October**, v. 55, n. 5, p. 1356-1358, 1990.
- BARBOSA, A.L.S., Encapsulamento de substâncias agroalimentares: uma revisão (sistema transportadores capsulares)-**apostila de curso de extensão**. Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Instituto de Tecnologia, Novembro, p.21, 2000.
- BARROS, C. B.; YABIKU, H. Y.; D'ANDREA PINTO, A. J. **Óleos essenciais cítricos do Brasil**. 2 ed. Fundação Cargill, Campinas, SP, 1986.
- BARROZO, M.A.S., FILHO, R.S.C., LIMAVERDE, J.R., ATAÍDE, C.H. The use of a spouted bed in the fertilizer coating of soybean seeds. **Drying Technology**. v. 16, n. 9, 10, p.2049-2064, 1998.
- BHANDARI, B. R.; DUMOULIN, E. D.; RICHARD, H. M. J.; NOLEAU, I.; LEBERT, A. M. Flavor encapsulation by spray drying: application to citral and linalyl acetate. **Journal Food Science**, v. 57, n. 1, p. 217-221, 1992.
- BICK, L. F. Os óleos essenciais e sua aplicação na indústria alimentícia. IN: PINTO, A. D'ANDREA; YABIKU, H.Y.; DE BARROS, C. B. **Primeiro Simpósio de óleos essenciais**. Campinas, SP., v. 1, 1985.
- BRENNER, J.; HENDERSON, G.H.; BERGENSTEN, R.W., **U.S. Patent**, v. 3, n. 971, p. 852, 1976.



- BUFFO, R., REINECCIUS, G.A. Optimization of gum acacia, modified start, maltodextrin blends for the spray drying of flavors. **Perfumer & Flavorist**. July-August, v. 25, p.45-53, 2000.
- CARDELLO, H. M. A. B.; CELESTINO, E. M., Encapsulação de aromas e sabores: utilização de amidos como agentes encapsulantes. **Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos-SBCTA**, Julho-Dezembro, v. 30, n. 2, p. 166-171, 1996.
- CHUMPITAZ, L.D.A. Microencapsulação de óleo essencial de laranja por atomização. Campinas. **Tese de Mestrado em Engenharia de Alimentos**, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, p. 78, 1995.
- DIAN, N.L.H.M., SUDIN, N., YUSOFF, M.S.A. Characteristics of microencapsulated palm-based oil as affected by type of wall material. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 70, p.422-426, 1996.
- DUXBURY, D.D., SWIENTEK, R.J., Encapsulated ingredients fase healt future. **Food Processing**, v.53, n. 2, p. 136, 1992.
- DZIEZAK, J.D. Microencapsulation and encapsulated ingredients: use of micro-encapsulation can improve ingredient functionality. **Food Technology**. April, p.136-151, 1988.
- ENGLER, M.S.S., GUIA, M.M., CORREA, M.L.C., OLIVEIRA, E.M.C., AITA, C.A.M., KROGH, K., GENZINI, T., MIRANDA, M.P., RIBEIRO, M., VILELA, L., NORONHA, I.L., ELIASCHEWITZ, F.G., SOGAYAR, M.C. Microencapsulation and tissue engineering as an alternative treatment of diabetes. **Brazilian Journal of Medical and Biological Research**. June, v. 36, n. 6, 2001.
- FINCH, C.A. Microencapsulation IN: "Ullman's **Encyclopedia of Industrial Chemistry**". 5 ed., v. A16, p. 575. Vch, N.Y., 1990.
- GOTTLIEB, O.R., MAGALHÃES, M.T. Modified distillation trap, **Chemist Analyst**. v. 49, p.114, 1960.
- HEATH, H.B. The flavour trap. **Food Encapsulation Technology**. February, p. 21-25, 1985.
- INGLETT, G. E.; GELBMAM, P.; REINECCIUS, G. A. Encapsulation of orange oil-Use of oligosaccharides form  $\alpha$ -amylase modified starches of maize, rice, cassava and potato. IN: IN: REINECCIUS, G. A.; RISCH, S. J. Flavor encapsulation. ACS Symposium series, **American Chemical Society**, Washington, DC: v. 370, p. 29-36, 1988.
- JACKSON, L.S., LEE, K. Microencapsulation and the food industry. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**. v. 24, p.289-297, 1991.
- JANOVSKY, C. Encapsulated ingredients for the baking industry. **Cereal Foods World**, v. 38, n. 2, p.85-87, 1985.
- KENYON, M. M.; ANDERSON, R.J. Maltodextrins and low-dextrose-equivalence corn syrup solids: production and technology for the flavor industry. IN: REINECCIUS, G. A.;

RISCH, S. J. Flavor encapsulation. ACS Symposium series, **American Chemical Society**, Washington, DC: v. 370, p. 7-11, 1988.

KIM, Y.D., MORR, C.V. Microencapsulation properties of gum arabic and several food proteins: spray dried orange oil emulsion particles. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*. V. 44, p.1314-1320, 1996.

KING, W.; PERRY, P. Modified starch encapsulating agents offer superior emulsification film forming, and low surface oil. **Food Product Development**, December, p. 54-56, 1976.

MAN, Y.B.C., LRWANDI, J., ABDULLAH, W.J.W. Effect of different types of maltodextrin and drying methods on physico-chemical and sensory properties of encapsulated durian flavour. **Journal of the Science of Food and Agriculture**. v. 79, p.1075-1080, 1999.

McCABE, W.L.; JULIAN, C.S.; HARRIOTT, P. Unit operations of chemical engineering. **McGraw-Hill Chemical Engineering Series**, Inc., 5 ed. p. 165-180, 1993.

MUJUMDAR, S.A.; FILKOVA, I. Industrial spray drying systems. IN: MUJUNDAR, S.A. **Handbook of Industrial Drying**, Marcel Dekker, Inc. N.Y., v. 1, p. 263-307, 1995.

ONIMARU, R.S., SILVA, D.P., RÉ, M.I. Estudo da influência de parâmetros na microencapsulação de produtos voláteis por Spray Drying. **IN: ANAIS DO XXIV ENEMP**, v. 1, p.196, 1996.

PHAM, Q.T. Behavior of conical spouted-bed dryer for animal blood. **The Canadian Journal of Chemical Engineering**, v. 61, p.426-434, 1983.

QI, Z.H., XU, A. Starch-based ingredients for flavor encapsulation. **Cereal Foods World**. July, v. 44, n. 7, p.460-465, 1999.

RÉ, M.I., FREIRE, J.T. Secagem de sangue animal em leito de jorro. **Anais do XIV Encontro Sobre Escoamento em Meios Porosos**. Campinas, v. 1, p. 187-198, 1986.

REGER, E.O., ROMANONKOV, P.G., RASHKOVSKAYA, N.B. "Drying of paste-like materials on inert bodies in spouting bed" (1967). Apud MATHUR & EPSTEIN, 1974.

REINECCIUS, G.A. & COULTER, S.T. Flavor retention during drying. **Journal Dairy Science**, v.52, n. 8, p. 1219-1223, 1969.

REINECCIUS, G.A. Carbohydrates for flavor encapsulation: maltodextrins, corn syrup solids, modified starch, and weaknesses in flavor encapsulation. **Food Technology**. March. p.144-149, 1991.

REINECCIUS, G.A. Spray drying of food flavors, IN: REINECCIUS, G. A.; RISCH, S. J. Flavor encapsulation. ACS Symposium series, **American Chemical Society**, Washington, DC: v. 370, p. 55-66, 1988.

ROCHA, S.C.S., TARANTO, O.P. Fluidodinâmica do leito de jorro bidimensional para partículas não esféricas. **IN: Anais do IX Congresso Brasileiro de Engenharia Química**. Salvador, Bahia. v. 1, p. 117-126, 1992.

RULKENS, W.H., THIJSEN, H.A.C. The retention of organic volatiles in spray drying aqueous carbohydrate solutions. **Journal Food and Technology**. v. 7, p.95-105, 1972.

SANKARIKUTTY, B., SREEKUMAR, M.M., NARAYANAN, C.S., MATHEW, A.G. Studies on microencapsulation of cardamom oil by spray drying technique. **Journal of Food Science and Tecnology**.. v. 25, n. 6, p.352-356, 1998.

SCHNEIDER, T., BRIDGWATER, J. **IN: Drying**. Ed. by A.S. Mujundar, Mc Gill University, Canada. p. 421-425, 1989.

SHAHIDI, S.; HAN, XIAO-QING. En capsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 33, n. 6, p. 501-547, 1993.

SHILTON, N.C., NIRANJAN, K. Fluidization and its applications to food processing. **Food Structure**, v.12, p.199, 1993.

SILVA, R.C. Estudo do microencapsulamento em leito fluidizado. Rio de Janeiro. **Tese de Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, p. 60, 1999.

SILVETZ, M., FOOTE, H,E. Coffe processing tevhnology, 1963, **IN: REINECCIUS, G. A.; RISCH, S. J. Flavor encapsulation. ACS Symposium series, American Chemical Society, Washington, DC: v. 370, p. 37-44, 1988.**

SOUZA, D.R.; SILVA, M.F.; MURAKAMI, P.; FREITAS, T.P.S.; ANDRADE, V. F.; OLIVEIRA, W.P. Microencapsulação de óleo essencial da casca da laranja usando o leito de jorro: estudos preliminares. **IN: Anais do XXVII Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados-ENEMP**, v. 1, p. 633-638, 1999.

SPARKS, R.E. Microencapsulation in “Kirk-Othmer Enciclopedia of Chemical Technology”, **3ed., v. 15, p. 471. John Wiley and Sons, Inc., N.Y., 1981.**

SPITZNER, P.I., FREIRE, J.T. “Estudo da secagem de pastas em leito de jorro: influência da presença da pasta no processo”. **Anais do XXV Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados-ENEMP**, v.1, p.186-190, 1996.

SUHEYLA, H.K. Chitosan: properties, preparations and application to mocroparticulate systems. **Journal Microencapsulation**. v. 14, n. 6, p. 689-711, 1997.

THEVENET, F. Acasia gums: stabilizers for flavor encapsulation. **IN: REINECCIUS, G. A.; RISCH, S. J. Flavor encapsulation. ACS Symposium series, American Chemical Society, Washington, DC: v. 370, p. 37-44, 1988.**

THIES, C. Microencapsulation in “**Enciclopedia of Polymer Science and Engineering**”, 2 ed., v. 9, p.724-745. John Wiley and Sons, Inc., N. Y, 1987.

TROZZI, A., VERZERA, A., LAMONICA, G. Essential oil composition of citrus sinensis (L.) Osbeck cv. Maltese. **Journal of Essential Oil Reserch**. Jully-August, v. 11, p.482-488, 1999.

TRUBIANO, P.C., LACOURSE, N.L. Emulsion-stabilizing starches use in flavorencapsulation. IN: REINECCIUS, G. A.; RISCH, S. J. Flavor Encapsulation. ACS Symposium series, **American Chemical Society**, Washington, DC: v. 370, p. 45-54, 1988.

VARAVINIT, S., CHAOKASEM, N., SHOBSNGOB, S. Studies of flavor encapsulation by agents produced from modified sago and tapioca starches. **Starch-Starke**. June, v. 53, n. 6, p. 281-287, 2001.

WERNER, L.E. Encapsulated food acids. **Cereal Foods World**. March, v. 25, n. 3, p.102-104, 1980.