

# EFEITO DA UTILIZAÇÃO DE COMBINAÇÕES DE MATERIAIS DE PAREDE NAS PROPRIEDADES DAS EMULSÕES E PARTÍCULAS E NA EFICIÊNCIA DE ENCAPSULAÇÃO DO ÓLEO DE LINHAÇA

## EFFECT OF WALL MATERIAL COMBINATIONS ON THE EMULSION AND PARTICLE CHARACTERIZATION AND FLAXSEED OIL MICROENCAPSULATION EFFICIENCY

Helena C. F. Carneiro<sup>a</sup>, Renata V. Tonon<sup>a,c</sup>, Carlos R. F. Grosso<sup>b</sup>, Miriam D. Hubinger<sup>a</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Engenharia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, SP, Brasil.

<sup>b</sup> Departamento de Alimentos e Nutrição, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, SP, Brasil.

<sup>c</sup> Embrapa Agroindústria de Alimentos, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

e-mail: [htina01@fea.unicamp.br](mailto:htina01@fea.unicamp.br)

### RESUMO

Esse estudo teve como objetivo avaliar o efeito da utilização de combinações de goma arábica ou Capsul (amido modificado) com maltodextrina, em diferentes concentrações, na microencapsulação de óleo de linhaça por *spray drying*. Para a combinação de maltodextrina/goma arábica, as gotas das emulsões aumentaram com o aumento da proporção de maltodextrina, enquanto que na combinação de maltodextrina/Capsul, o tamanho das gotas não foi influenciado pela concentração de maltodextrina. Ambas combinações de materiais de parede apresentaram redução da viscosidade da emulsão com o aumento do conteúdo de maltodextrina. As microcápsulas produzidas a partir de misturas de maltodextrina e goma arábica apresentaram as maiores distribuições de tamanho. O tipo de material de parede teve influência significativa na eficiência de encapsulação do óleo de linhaça, sendo o maior valor atribuído às amostras preparadas com maltodextrina/Capsul e o menor com maltodextrina/goma arábica. Esse trabalho mostrou que tanto o tipo quanto a proporção de materiais de parede tiveram influência significativa nas propriedades da emulsão e, conseqüentemente, na eficiência de encapsulação do óleo de linhaça.

### SUMMARY

This study aimed to evaluate the effect of the combinations of gum arabic or Capsul (modified starch) with maltodextrin, at different concentrations, on the microencapsulation of flaxseed oil by spray drying. For maltodextrin/gum arabic combinations, the oil droplet size increased with the increase in the maltodextrin proportion, while for maltodextrin/Capsul combinations, the droplet size was not significantly affected by maltodextrin concentration. Both wall material combinations showed a reduction in the emulsion viscosity with the increase in maltodextrin content. The microcapsules produced from mixtures of maltodextrin and gum arabic showed greater size. The type of wall material had significant influence on the encapsulation efficiency of flaxseed oil, since the samples prepared with Capsul resulted in higher encapsulation efficiency than those prepared with gum arabic. This work showed that both type and proportion of wall materials have significant influence on the emulsion properties and, consequently, on the encapsulation efficiency of flaxseed oil.

*Palavras chaves: materiais de parede, óleo de linhaça, spray drying, eficiência de microencapsulação.*

### INTRODUÇÃO

A crescente procura por alimentos mais nutritivos e saudáveis tem levado a indústria de alimentos a focar suas pesquisas na busca por produtos dessa natureza. O óleo de linhaça é um óleo poliinsaturado extraído da planta do linho (*Linum usitatissimum*) rico em ácido  $\alpha$ -linolênico (ALA), o ácido graxo Omega ( $\omega$ )-3, que representa cerca de 57% do total dos

ácidos graxos presentes na linhaça (Vaisey-Genser; Morris, 2003). Essas características permitem a atribuição de um alimento funcional, ou seja, além das propriedades nutricionais, o seu consumo pode trazer benefícios a saúde. Com o desenvolvimento tecnológico, uma série de sistemas veiculadores de compostos ativos vem sendo desenvolvidos e a microencapsulação por *spray drying* é um desses sistemas. Trata-se de um processo onde

pequenas partículas de um determinado material são aprisionadas em um invólucro protetor. A maltodextrina é um amido hidrolisado muito utilizado na microencapsulação de ingredientes alimentícios oferecendo vantagens como baixo custo, aroma e sabor neutro e baixa viscosidade em altas concentrações de sólidos. O maior problema da utilização desse material de parede é a falta de propriedade emulsificante (Jafari et al., 2008). Portanto, é comum a utilização de combinações de maltodextrina com outros materiais de parede que apresentem boa capacidade de emulsificação e podem, assim, suprir a falta dessa propriedade.

As propriedades da emulsão como conteúdo total de sólidos, viscosidade, estabilidade e tamanho das gotas afetam diretamente a eficiência de encapsulação de óleos (Jafari et al., 2008). Uma microencapsulação de sucesso deve resultar em uma mínima concentração de óleo na superfície das partículas e máxima retenção do material ativo.

O objetivo deste trabalho foi avaliar o efeito da utilização de combinações de maltodextrina/goma arábica e maltodextrina/Capsul, em diferentes concentrações, na microencapsulação do óleo de linhaça por *spray drying*.

## MATERIAL E MÉTODOS

### Material

A matéria prima utilizada foi óleo de linhaça (Lino Oil, Paranambi, Brasil). Como material de parede, utilizou-se Maltodextrina MOR-REX® 1910 (Corn Products, Mogi-Guaçu, Brasil) em combinação com goma arábica Instantgum BA® (Colloids Naturels, São Paulo, Brasil) ou o amido modificado Capsul TA (National Starch, São Paulo, Brasil) de acordo com a Tabela 1.

**Tabela 1. Diferentes formulações utilizadas na microencapsulação de óleo de linhaça por *spray drying*.**

Formulações	% MD	% GA	% Capsul
1	25	75	0
2	50	50	0
3	75	25	0
4	25	0	75
5	50	0	50
6	75	0	25

MD = maltodextrina, GA = goma arábica

### Métodos

#### Preparo das emulsões

Para o preparo das emulsões, os materiais de parede foram misturados em água destilada a

25°C até completa dissolução. A concentração de sólidos totais foi fixada em 30% e a concentração de óleo em 20% em relação aos sólidos totais (Ahn et. al., 2008; Jafari et al., 2008; Charve; Reinnecius, 2009). A emulsão foi formada com o auxílio de um homogeneizador Ultra-Turrax MA-102 (Marconi, Piracicaba, Brasil) operando a uma velocidade 18000 rpm/5 minutos.

### Propriedade das emulsões

#### Estabilidade

Imediatamente após o preparo das emulsões, uma alíquota de 25 ml de cada amostra foi transferida para uma proveta graduada selada e estocada a temperatura ambiente. A estabilidade foi medida através da altura da fase superior após 24 horas, sendo o índice de cremeação (IC) descrito pela equação (1).

$$IC(\%) = \left( \frac{H}{H_0} \right) \times 100 \quad (1)$$

Onde:  $H_0$  representa a altura inicial da fase inferior e  $H$  a altura da fase superior após 24 horas.

#### Reologia

A medida da viscosidade foi feita através da determinação das curvas de escoamento. Os ensaios foram realizados em um reômetro Physica MCR301 (Anton Paar, Graz, Áustria). As medidas foram feitas em triplicata, em geometria de placa paralela de 75 mm de diâmetro, com temperatura controlada em 25°C por sistema Peltier e Gap de 0,5 mm. As emulsões foram avaliadas 24 horas após seu preparo.

#### Tamanho das gotas

A microestrutura das emulsões foi avaliada através de um aparelho determinador de distribuição de tamanho de partículas, baseado no espalhamento de luz (Laser Scattering Spectrometer Mastersizer S, modelo MAM 5005 – Malvern Instruments Ltd., Malvern, U.K.). O diâmetro médio foi determinado considerando-se o diâmetro médio de uma esfera de mesma área ( $D_{[3,2]}$ ). Para essa análise, uma pequena gota de cada emulsão foi dispersa em água deionizada no equipamento

#### Microencapsulação por *spray drying*

A secagem por atomização foi realizada em um secador laboratorial com sistema de atomização em bicos – mini *spray dryer* – Lab Plant, modelo SD-05 (Huddersfield, U.K.), com bico injetor de

1,5 mm de diâmetro, fluxo de ar de 73 m<sup>3</sup>/h, pressão do ar de 0,6 bar e vazão mássica de 12 g/min, a temperatura de entrada do ar foi 180±2°C e temperatura de saída de 115±3°C.

### Propriedades das partículas

#### Eficiência de Encapsulação (EE)

A quantidade de óleo não encapsulado presente na superfície das microesferas está diretamente relacionada à eficiência de encapsulação que foi determinada através do método descrito por Bae e Lee (2008) e foi calculada a partir da equação (2).

$$EE = \left( \frac{TO - SO}{TO} \right) \times 100 \quad (2)$$

Onde: *TO* é a quantidade de óleo total e *SO* é a quantidade de óleo na superfície das microesferas.

#### Umidade

A umidade das amostras foi determinada por gravimetria, em estufa com circulação de ar a 105 °C, por 24 horas (A.O.A.C., 1997).

#### Densidade aparente

A densidade aparente das partículas foi determinada através da medida do volume ocupado por 2 g da amostra em pó em uma proveta graduada de 25 mL (GOULA; ADAMOPOULOS, 2004).

#### Tamanho das partículas

A distribuição do tamanho das partículas foi determinada através de um aparelho determinador de distribuição de tamanho de partículas, baseado no espalhamento de luz (Laser Scattering Spectrometer Mastersizer S, modelo MAM 5005 – Malvern Instruments Ltd., Malvern, U.K). O diâmetro médio foi determinado considerando-se o diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume ( $D_{[4,3]}$ ). Para essa análise, uma pequena quantidade do produto em pó foi dispersa em etanol 99,5%.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Propriedades da emulsão

Todas as emulsões preparadas com combinações de maltodextrina e Capsul mostraram 100% de estabilidade em 24 horas, assim como a maioria das combinações de maltodextrina e goma arábica. A única combinação que apresentou uma pequena

separação de fases foi GA/MD na proporção 25/75. Esse fato pode estar relacionado a falta da propriedade emulsificante da maltodextrina quando comparado a goma arábica.

O tamanho das gotas ( $D_{3,2}$ ) e viscosidade das emulsões estão apresentadas na Tabela 2. Os dados experimentais das curvas de viscosidade obtidos foram ajustados pelo modelo Newtoniano e Lei da Potência para as emulsões preparadas com goma arábica e Capsul, respectivamente. O aumento da concentração de maltodextrina em todas as combinações estudadas levou a diminuição da viscosidade das emulsões. Esse resultado pode estar relacionado ao maior tamanho das moléculas de goma arábica e amido modificado quando comparado às moléculas de maltodextrina.

**Tabela 2 Viscosidade e tamanho das gotas das emulsões preparadas com diferentes materiais de parede, em diferentes proporções.**

Amostras	Viscosidade (mPa.s)	$D_{3,2}$ (µm)
GA/MD75/25	0,053±0,0012 <sup>a</sup>	1,734±0,021 <sup>d</sup>
GA/MD 50/50	0,036±0,0001 <sup>b</sup>	1,850±0,005 <sup>c</sup>
GA/MD 25/75	0,021±0,0002 <sup>c</sup>	2,352±0,051 <sup>a</sup>
Capsul/MD 75/25	0,036±0,0015 <sup>b</sup>	2,195±0,033 <sup>b</sup>
Capsul/MD 50/50	0,026±0,0011 <sup>d</sup>	2,233±0,054 <sup>b</sup>
Capsul/MD 25/75	0,018±0,0001 <sup>e</sup>	2,202±0,073 <sup>b</sup>

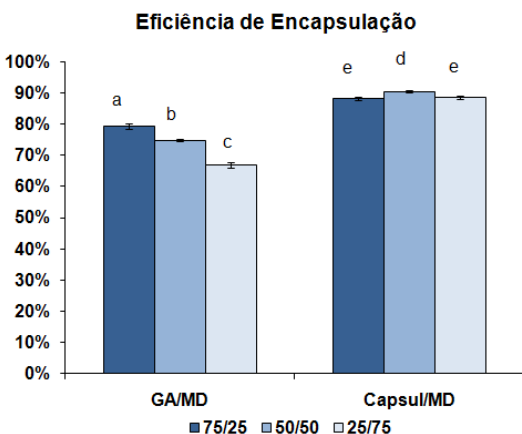
Letras diferentes indicam diferença significativa a  $p < 0.05$ . GA = Goma arábica e MD = Maltodextrina.

O tamanho das gotas das emulsões de GA/MD foram menores nas combinações preparadas com maiores concentrações de goma arábica, pois esses materiais têm ótima propriedade emulsificante. Para as combinações de Capsul/MD não houve diferença significativa entre as diferentes proporções utilizadas.

### Eficiência de encapsulação

A eficiência de encapsulação das amostras está apresentada na Figura 1.

O tipo de material de parede teve influência significativa na eficiência de encapsulação do óleo de linhaça, uma vez que as emulsões preparadas com Capsul resultaram em eficiências bem superiores àquelas preparadas com goma arábica. Os valores de eficiências de encapsulação variaram de 66,9% a 90,5%, aproximadamente. O melhor resultado foi obtido pela combinação de Capsul/maltodextrina na proporção 50/50.



**Figura 1** Eficiência de encapsulação das partículas produzidas com diferentes materiais de parede em diferentes proporções. Letras diferentes indicam diferença significativa,  $p \leq 0.05$ . (MD = Maltodextrina, GA = goma arábica).

Analisando as proporções da combinação de GA/MD pode-se observar que o aumento da concentração de maltodextrina levou à diminuição da eficiência de encapsulação, o que pode estar relacionado às propriedades das emulsões que também foram afetadas pela proporção de maltodextrina utilizada. Por exemplo, uma maior concentração de maltodextrina levou à diminuição da viscosidade das emulsões e esse fato pode ter facilitado a circulação das gotas que podem ter coalescido resultando em gotas de maiores diâmetros. Além disso, esse aumento de circulação dificulta a formação da membrana semipermeável durante o processo de secagem levando a diminuição da retenção do material ativo, ou seja, menor eficiência de encapsulação (JAFARI et al., 2008). As amostras produzidas a partir de misturas de Capsul/maltodextrina apresentaram valores similares de eficiência de encapsulação, mostrando um pequeno aumento quando a proporção 50/50 foi utilizada.

### Propriedades das partículas

As partículas não apresentaram diferença significativa quanto à densidade aparente entre as proporções de materiais de parede utilizadas. Os valores de densidade aparente obtidos pelas diferentes combinações variaram de 0,35 a 0,40 g/cm<sup>3</sup> sendo o menor e o maior valor obtidos pela combinação de Capsul/MD e GA/MD, respectivamente. O maior valor de densidade obtido pela combinação de GA/MD pode estar relacionado à maior viscosidade das emulsões e ao maior tamanho de partículas obtidos por esta combinação. A vantagem em se obter partículas

com alta densidade é que essas podem ser estocadas em grande quantidade dentro de pequenos compartimentos ocupando menos espaços e facilitando seu transporte.

Os resultados de conteúdo de umidade e tamanho de partículas estão apresentados na Tabela 3.

As amostras preparadas com goma arábica ou Capsul com maltodextrina apresentaram baixo nível de umidade variando de 0,57 a 1,45%. Hogan et al. (2001) observaram valores de umidade entre 1 e 3% na microencapsulação de óleo de soja por *spray drying* e verificaram que o tipo de material de parede não afetava o conteúdo de umidade das partículas.

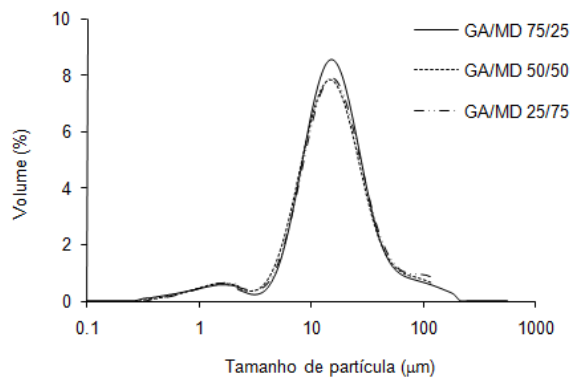
A distribuição do tamanho das partículas variou de 15,32 a 25,67  $\mu\text{m}$ . As micropartículas produzidas a partir de misturas de goma arábica e maltodextrina apresentaram maior tamanho, provavelmente devido a sua maior viscosidade das emulsões. Tanto as proporções quanto os tipos de materiais de parede avaliados influenciaram no tamanho das partículas obtidas.

**Tabela 3** Propriedades das partículas preparadas com diferentes materiais de parede, em diferentes proporções.

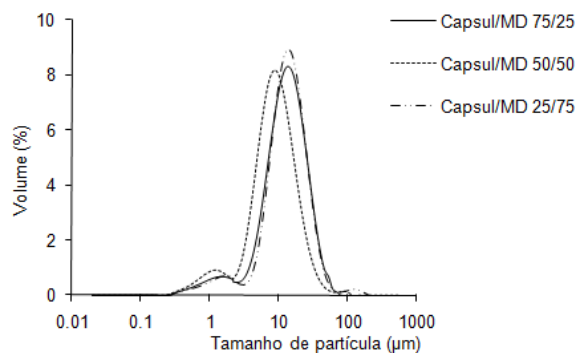
Amostras	Umidade (%)	D <sub>4,3</sub> ( $\mu\text{m}$ )
GA/MD 75/25	1,45 $\pm$ 0,05 <sup>a</sup>	23,03 $\pm$ 0,31 <sup>b</sup>
GA/MD 50/50	0,74 $\pm$ 0,10 <sup>c</sup>	25,67 $\pm$ 1,26 <sup>a</sup>
GA/MD 25/75	0,57 $\pm$ 0,29 <sup>c</sup>	23,67 $\pm$ 0,44 <sup>d</sup>
Caps/MD 75/25	1,11 $\pm$ 0,11 <sup>b</sup>	15,32 $\pm$ 0,01 <sup>b</sup>
Caps/MD 50/50	0,98 $\pm$ 0,04 <sup>d</sup>	16,05 $\pm$ 0,80 <sup>c</sup>
Caps/MD 25/75	1,05 $\pm$ 0,12 <sup>d</sup>	17,65 $\pm$ 0,18 <sup>c</sup>

Letras diferentes indicam diferença significativa a  $p \leq 0.05$ . GA = Goma arábica e MD = Maltodextrina.

As partículas apresentaram uma distribuição de tamanho com comportamento bimodal (Figura 2), ou seja, existem dois picos distintos, cada um representando uma “população” de tamanho diferente. Isso é particularmente interessante no caso dos pós, pois partículas menores podem penetrar entre os espaços das partículas maiores ocupando menor volume.



(a)



(b)

**Figura 2 Distribuição do tamanho das partículas de pós produzidos com diferentes combinações de materiais de parede em diferentes proporções. (a)goma arábica/maltodextrina; (b)Capsul/maltodextrina.**

## CONCLUSÃO

Esse trabalho mostrou que tanto o tipo quanto as proporções de material de parede tiveram influência significativa nas propriedades da emulsão e na eficiência de encapsulação do óleo de linhaça. Entre as combinações de materiais de parede avaliados, a mistura de Capsul e maltodextrina levou à melhores resultados de eficiência de encapsulação mostrando que a adição de maltodextrina não prejudicou a atuação desse amido modificado como encapsulante, além de ter reduzido os custos com material de parede. O uso de diferentes combinações de materiais de parede resultou em emulsões com diferentes viscosidades e tamanhos de gotas e partículas com diferentes densidades aparentes e diferentes tamanhos. Resultados indicam que a combinação de Capsul/maltodextrina representa

uma ótima alternativa de material de parede, pois em todas as proporções utilizadas essa mistura apresentou alta eficiência de encapsulação.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à FAPESP, CAPES e CNPq pelo suporte financeiro.

## REFERÊNCIAS

- Ahn, J.H.; Kim, Y.P.; Lee, Y.M.; Seo, E.M.; Lee, K.W.; Kim, H.S. (2008). Optimization of microencapsulation of seed oil by response surface methodology. *Food Chemistry*. 107(1), 98-105.
- Bae, E.K.; Lee, S.J. (2008). Microencapsulation of avocado oil by spray drying using whey protein and maltodextrin. *Journal of Microencapsulation*. 25(8), 549-560.
- Charve, J.; Reineccius, G.A. (2009). Encapsulation Performance of Proteins and Traditional Materials for Spray Dried Flavors. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 57(6), 2486-2492.
- Goula, A.M.; Adamopoulos, K.G. (2004). Spray drying of tomato pulp: Effect of feed concentration. *Drying Technology*. 22(10), 2309-2330.
- Hogan, S.A.; McNamee, B.F.; O'riordan, E.D.; O'sullivan, M. (2001). Emulsification and microencapsulation properties of sodium caseinate/carbohydrate blends. *International Dairy Journal*, v. 11, n.3, p. 137-144.
- Jafari, S.M.; Assadpoor, E.; He, Y.; Bhandari, B. (2008). Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*. 26(7), 816-835.
- Vaisey Genser, M. & Morris, D.H. (2003). History of the cultivation and uses of flaxseed. In: Alister, D.M.; Westcott, N.D. *Flax: The Genus Linum*. New York, New York, USA.