

RESSALVA

Atendendo solicitação do autor,
o texto completo desta tese será
disponibilizado somente a partir
de 24/02/2024



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Câmpus de São José do Rio Preto

Yuri Pessoa Lemos

**Microencapsulação por coacervação complexa de óleo de buriti: explorando
materiais, processos e aplicação**

São José do Rio Preto

2022

Yuri Pessoa Lemos

Microencapsulação por coacervação complexa de óleo de buriti: explorando materiais, processos e aplicação

Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Alimentos, junto ao Programa de Pós-Graduação em Alimentos, Nutrição e Engenharia de Alimentos, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Câmpus de São José do Rio Preto.

Financiadora: CAPES

Orientadora: Vânia Regina Nicoletti

São José do Rio Preto

2022

L557m

Lemos, Yuri Pessoa

Microencapsulação por coacervação complexa de óleo de buriti: explorando materiais, processos e aplicação / Yuri Pessoa Lemos. -- São José do Rio Preto, 2022

156 p. : il., tabs.

Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Biociências Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto

Orientadora: Vânia Regina Nicoletti

1. Microencapsulação. 2. Coacervação complexa. 3. Frequência de agitação. 4. Óleo de buriti. 5. Extrusão. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca do Instituto de Biociências Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

Yuri Pessoa Lemos

Microencapsulação por coacervação complexa de óleo de buriti: explorando materiais, processos e aplicação

Tese apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Alimentos, junto ao Programa de Pós-Graduação em Alimentos, Nutrição e Engenharia de Alimentos, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Câmpus de São José do Rio Preto.

Financiadora: CAPES

COMISSÃO EXAMINADORA

Prof^a. Dr^a. Vânia Regina Nicoletti
UNESP – São José do Rio Preto
Orientadora

Prof. Dr. João Cláudio Thoméo
UNESP – São José do Rio Preto

Prof. Dr. Róger Darros Barbosa
UNESP – São José do Rio Preto

Prof. Dr. Gustavo César Dacanal
USP – Pirassununga

Prof. Dr. Pedro Henrique Campelo Félix
UFAM – Manaus

São José do Rio Preto

2022

AGRADECIMENTOS

À minha orientadora, Prof^a. Dr^a. Vânia Regina Nicoletti Telis pelo incentivo, pela orientação, compreensão e pelos ensinamentos que levo para minha vida pessoal e profissional.

Aos membros da banca examinadora, pela disposição em participar da banca de defesa de tese de doutorado e correção deste trabalho.

Aos professores da pós-graduação, por todos os ensinamentos e por contribuírem com minha formação e crescimento profissional.

Aos colegas da pós-graduação e aos companheiros das jornadas no laboratório, pelos momentos de amizade, carinho, tristezas e alegrias.

A todos os professores, técnicos e funcionários do DETA que contribuíram de forma direta ou indireta para a realização deste trabalho.

A Izabela Alvim, e o ITAL, pelas análises de tamanho de partículas realizadas.

Ao técnico Alberto Camilo Alécio, do Instituto de química da Unesp de Araraquara, pelas análises de FTIR.

Aos meus irmãos Murilo e Luís, pela cumplicidade e apoio incondicional.

Aos meus pais e avós pela orientação e apoio incondicional.

A Laís, minha querida, pela paciência e compreensão

Enfim, a todas às pessoas que me apoiaram de alguma forma até hoje e contribuíram para a realização deste trabalho.

A todos vocês, minha eterna gratidão.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001, à qual agradeço.

“Tudo o que temos de decidir é o que fazer com o tempo que nos é dado”

Gandalf, The Grey (Tolkien, 1991, p. 68).

RESUMO

A microencapsulação do óleo de buriti pode proteger os compostos bioativos presentes, principalmente os carotenoides, e a coacervação complexa é uma técnica de microencapsulação efetiva para proteger compostos lipofílicos. O objetivo deste trabalho foi avançar no estudo da microencapsulação de óleo de buriti pelo processo de coacervação complexa, utilizando gelatina/alginato de sódio e gelatina/goma arábica como materiais de parede, com enfoque sobre o efeito de parâmetros de processo nas características das microcápsulas, e a sua aplicação em produtos alimentícios. Para a produção das microcápsulas foi construído um vaso de agitação obedecendo às relações geométricas recomendadas e foram testados os efeitos da frequência de agitação, do tipo de impulsor e da presença de defletores sobre a coacervação. As microcápsulas sofreram influência direta dos parâmetros de processo e os resultados puderam ser correlacionados em função dos números adimensionais Reynolds e Froude. Os tamanhos médios das partículas ficaram na faixa de 36 a 186 μm e tiveram relação inversa com o número de Reynolds. A presença dos defletores se mostrou eficaz, produzindo microcápsulas com menores dispersões de tamanho. As amostras apresentaram altos valores de eficiência de encapsulação, acima de 80%, e coloração amarelo intenso. A partir desses resultados, procurou-se investigar o efeito do comportamento reológico das soluções precursoras das microcápsulas na produção das mesmas, o que foi avaliado utilizando os pares gelatina/goma arábica e gelatina/alginato de sódio. Foi possível observar que, para a formação das microcápsulas, soluções dilatantes necessitam de baixas velocidades de agitação, enquanto soluções pseudoplásticas demandam maiores velocidades de agitação. Com o intuito de explorar a possibilidade de substituir a liofilização, convencionalmente usada na secagem de microcápsulas produzidas por coacervação complexa, e assim reduzir os custos de produção, duas alternativas de secagem foram avaliadas: a secagem em leito de espuma e por formação de filme delgado. Ambas apresentaram bons resultados de eficiência de encapsulação quando comparadas às microcápsulas secas por liofilização. Por fim, a incorporação das microcápsulas em snacks extrusados de milho foi testada, visando o enriquecimento dos mesmos com carotenoides. Foram avaliadas duas estratégias de adição das microcápsulas, antes e depois da extrusão, bem como diferentes condições de processo. Os resultados foram promissores e, nas condições médias e brandas de extrusão, foi possível observar a presença de microcápsulas íntegras

nos snacks produzidos, bem como foi possível detectar a presença de carotenoides no produto, em concentrações na faixa de 0,5 a $\approx 5 \mu\text{g/g}$ de snack.

Palavra-chave: Microencapsulação, coacervação complexa, frequência de agitação, óleo de buriti, extrusados.

ABSTRACT

Buriti oil microencapsulation can protect the bioactive compounds present, mainly carotenoids, and complex coacervation is an effective microencapsulation technique to protect lipophilic compounds. The general objective of this work was to advance in the study of microencapsulation of buriti oil by the complex coacervation process, using gelatin/sodium alginate and gelatin/gum Arabic as wall materials, focusing on the effect of process parameters on the characteristics of the microcapsules, and its application in food products. For the production of microcapsules, an agitation vessel was built following the recommended geometric relationships and the effects of agitation frequency, type of impeller and the presence of deflectors on coacervation were tested. The microcapsules were directly influenced by the process parameters and the results could be correlated as a function of the Reynolds and Froude dimensionless numbers. The average particle sizes were in the range of 186 to 36 μm and had an inverse relationship with the Reynolds number. The presence of deflectors proved to be effective, producing microcapsules with smaller size dispersions. The samples showed high values of encapsulation efficiency, above 80%, and intense yellow color. From these results, we sought to investigate the effect of the rheological behavior of the precursor solutions of the microcapsules, which was evaluated using the pairs gelatin/gum Arabic and gelatin/sodium alginate. It was possible to observe that, for the formation of microcapsules, dilatant solutions need low stirring speeds, while pseudoplastic solutions demand higher stirring speeds. In order to explore the possibility of replacing lyophilization, conventionally used in the drying of microcapsules produced by complex coacervation, and thus reducing production costs, two drying alternatives were evaluated: foam-mat drying and thin-film formation. Both showed good encapsulation efficiency results when compared to freeze-dried microcapsules. Finally, the incorporation of microcapsules in extruded corn snacks was tested, aiming to enrich them with carotenoids. Two microcapsule addition strategies were evaluated, before and after extrusion, as well as different process conditions. The results were promising and, under medium and mild extrusion conditions, it was possible to observe the presence of intact microcapsules in the snacks produced, as well as detecting the presence of carotenoids in the product, in concentrations ranging from 0.5 to $\approx 5 \mu\text{g/g}$ of snack.

Keywords: Microencapsulation, complex coacervation, agitation frequency, buriti oil, extrudates.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 Representação esquemática das etapas do processo de microencapsulação por coacervação.	28
Figura 1.2 Dimensões de um tanque agitado.	36
Figura 1.3 Formação de vórtices em vasos agitadores com defletores.	37
Figura 1.4 Efeito da presença de defletores durante a agitação em um vaso (adaptado de CIAFOLO et al., 1996).	38
Figura 1.5 Padrões de escoamento em função do tipo do impulsor.	39
Figure 2.1 Schematic of the stirring tank and its propellers.	56
Figure 2.2 Particle size analysis by CellSens software 1.11.	59
Figure 2.3 Optical microscopy of microcapsules produced in the vessel equipped with radial impeller and deflectors, at different stirring frequencies: a) 400 rpm, b) 600 rpm, c) 800 rpm, d) 1000 rpm, e) 1200 rpm, f) 1600 rpm, g) 2000 rpm (bar is equal to 50 μm).	61
Figure 2.4 Optical microscopy of microcapsules produced in the vessel equipped with radial impeller without deflectors, at different stirring frequencies: a) 400 rpm, b) 600 rpm, c) 800 rpm, d) 1000 rpm, e) 1200 rpm, f) 1600 rpm, g) 2000 rpm (bar is equal to 50 μm).	62
Figure 2.5 Optical microscopy of microcapsules produced in the vessel equipped with axial impeller and deflectors, at different stirring frequencies: a) 400 rpm, b) 600 rpm, c) 800 rpm, d) 1000 rpm, e) 1200 rpm, f) 1600 rpm, g) 2000 rpm (bar is equal to 50 μm).	63
Figure 2.6 Optical microscopy of microcapsules produced in the vessel equipped with axial impeller without deflectors, at different stirring frequencies: a) 400 rpm, b) 600 rpm, c) 800 rpm, d) 1000 rpm, e) 1200 rpm, f) 1600 rpm, g) 2000 rpm (bar is equal to 50 μm).	64
Figure 2.7 Representation of the bubbles formed during coacervation (bar is equal to 200 μm).	65
Figure 2.8 Correlation between Reynolds number and mean particle size of microcapsules	70
Figure 2.9 Correlation between Froude number and span	70
Figure 3.1 Optical microscopy images of the microcapsules produced with gelatin/gum Arabic at different stirring speeds (bar = 200 μm).	87

Figure 3.2 Optical microscopy images of the microcapsules produced with gelatin/sodium alginate at different stirring speeds (bar = 200 μm).	88
Figure 3.3 Rheological behavior of the gelatin/gum Arabic solution used for the production of microcapsules.....	90
Figure 3.4 Rheological behavior of gelatin/sodium alginate solution used for the production of microcapsules.....	90
Figure 3.5 Effect of agitation speed on the size of microcapsules produced with gelatin/gum Arabic (GG) and gelatin/sodium alginate (AG).	91
Figure 3.6 Particle size distributions of the microcapsules produced with gelatin/Arabic gum at different stirring speeds.	93
Figure 3.7 Particle size distributions of the microcapsules produced with gelatin/sodium alginate at different stirring speeds.	94
Figure 3.8 FTIR spectra of alginate (GEL), gum Arabic (ARB), gelatin (GEL), buriti oil (OIL), gelatin/gum Arabic microcapsules produced at 800 rpm (ARBGEL), and gelatin/sodium alginate microcapsules produced at 1600 rpm (ALGGEL).	97
Figure 4.1 Aspect of the foam formed by beating the complex coacervated microcapsule slurry added with albumin.....	108
Figure 4.2 Aspect of the thin-film formed by the complex coacervated microcapsule slurry	108
Figure 4.3 Aspect of the layer of complex coacervated microcapsule slurry for freeze drying	109
Figure 4.4 Optical microscopy of microcapsules obtained after complex coacervation.	118
Figure 4.5 Optical microscopy of rehydrated complex coacervation microcapsules after drying by foam (a), film (b) and lyophilization (c).	119
Figure 4.6 Scanning electron microscopy of the powders obtained after drying by foam-mat (a), thin-film (b) and freeze drying (c).	120
Figure 4.7 XDR of dried microcapsules after complex coacervation.	121
Figure 4.8 FTIR spectrum of samples and microcapsule forming materials.	122
Figure 5.1 Morphological aspect of the microcapsules after complex coacervation...	138
Figure 5.2 Optical microscopy of extruded products containing microencapsulated buriti oil added before extrusion at different conditions: (a) 10% moisture/140 °C (EC10); (b) 15% moisture/120 °C (EC15); (c) 20% moisture/100 °C (EC20) (images collected with 10x objective lens).	Erro! Indicador não definido.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 Processos de mistura	34
Tabela 1.2 Correlações para o desenvolvimento de um tanque de agitação	36
Table 2.1 Correlations for the design of the stirring tank.....	56
Table 2.2 Average diameter of microcapsules as a function of stirring frequency and stirring vessel configurations.....	68
Table 2.3 Distribution width (span) of the particle size histogram, Froude and Reynolds numbers in function of the processing conditions.	69
Table 2.4 Encapsulation efficiency (%EE), lightness (L*), hue angle (h), and chroma (C*) of buriti oil microcapsules.....	72
Table 3.1 Formulation and processing conditions applied for microencapsulation of buriti oil, and the respective treatment codification.....	83
Table 3.2 Rheological characteristics of microcapsule forming solutions.....	89
Table 3.3 Particle size, strain rate, encapsulation efficiency (%EE), brightness (L*), chroma (C*), and hue angle (h) of buriti oil microcapsules.....	96
Table 4.1 Physicochemical properties of complex coacervation microcapsules of buriti oil after drying by foam-mat, thin-film and freeze drying	114
Table 5.1 Extrusion tests performed and their codification.....	135
Table 5.2 Density, expansion ratio and hardness of the extrudate products	140
Table 5.3 Content of β -carotene and color attributes of the extrudate products.....	143

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO GERAL	17
OBJETIVO GERAL	20
Objetivos específicos	20
1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	26
1.1. Microencapsulação	26
1.1.1. Coacervação complexa	27
1.1.2. Materiais de parede	29
1.1.2.1. Gelatina.....	29
1.1.2.2. Goma arábica.....	29
1.1.2.3. Alginato de sódio.....	30
1.2. Métodos de secagem	30
1.2.1. Liofilização.....	31
1.2.2. Secagem por espuma	32
1.2.3. Secagem por filme delgado	33
1.3. Agitação e mistura	34
1.3.1. Relações geométricas.....	35
1.3.2. Impulsores	38
1.4. Aplicação de microcápsulas em alimentos.....	40
1.5. Óleo de Buriti e seus principais compostos bioativos	41
2. DESIGN AND OPERATIONAL PARAMETERS OF THE STIRRED VESSEL AFFECT FORMATION OF OIL MICROCAPSULES BY COMPLEX COACERVATION	53
Abstract	53
2.1. Introduction	53
2.2. Materials and Methods.....	55
2.2.1. Materials.....	55
2.2.2. Methods.....	55
2.2.2.1. Design of the agitated vessel	55
2.2.2.2. Complex coacervation	57
2.2.2.3. Determination of the hydrodynamic conditions during coacervation	57
2.2.2.4. Characterization of the microcapsules	58
2.2.2.5. Statistical analysis	60

2.3.	Results and Discussion	60
2.3.1.	Influence of hydrodynamic conditions during coacervation on particle size 65	
2.3.2.	Encapsulation efficiency and color parameters of the microcapsules	70
2.4.	Conclusions	74
3.	THE ROLE OF SUSPENSION RHEOLOGY ON THE SIZE AND MORPHOLOGY OF COMPLEX COACERVATED MICROCAPSULES	80
3.1	Introduction	80
3.2	Materials and Methods	82
3.2.1	Materials.....	82
3.2.2	Methods.....	82
3.2.2.1	<i>Complex Coacervation</i>	82
3.2.2.2	<i>Rheological analysis of solutions used for complex coacervation</i>	83
3.2.2.3	<i>Characterization of buriti oil microcapsules</i>	84
3.2.2.3.1	Particle size	84
3.2.2.3.2	Optical microscopy.....	85
3.2.2.3.3	Color analyses	85
3.2.2.3.4	Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)	85
3.2.2.3.5	Encapsulation efficiency	85
3.2.2.4	<i>Statistical analysis</i>	86
3.3	Results and Discussion	86
3.3.1	Influence of hydrodynamic conditions during coacervation on particle formation.	89
3.3.2	Particle size	91
3.3.3	Encapsulation efficiency	95
3.3.4	Color analyses	95
3.3.5	Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR).....	97
3.4	Conclusions	98
4.	FOAM-MAT AND THIN-FILM DRYING AS ALTERNATIVES TO FREEZE DRYING OF COMPLEX COACERVATED MICROCAPSULES CONTAINING BURITI OIL (<i>Mauritia flexuosa</i> L.)	104
4.1	Introduction	104
4.2	Methods and material	106
4.2.1.	Materials.....	106
4.2.2.	Methods.....	107
4.2.2.1.	<i>Complex coacervation</i>	107
4.2.2.2.	<i>Drying methods</i>	107

4.2.2.2.1.	Foam-mat drying	107
4.2.2.2.2	Thin-film drying	108
4.2.2.2.3	Freeze drying.....	109
4.2.2.3	Drying yield.....	109
4.2.2.4	Encapsulation efficiency	109
4.2.2.5	Moisture content and water activity of microcapsules	110
4.2.2.6	Hygroscopicity.....	110
4.2.2.7	Powder dissolution time.....	110
4.2.2.8	Wetting time.....	110
4.2.2.9	Contact angle	111
4.2.2.10	Bulk density	111
4.2.2.11	Tapped density.....	111
4.2.2.12	Particle density	111
4.2.2.13	Bulk porosity	111
4.2.2.14	Powder flowability and cohesiveness	112
4.2.2.15	Angle of repose	112
4.2.2.16	Particle rehydration.....	112
4.2.2.17	Particle morphology	112
4.2.2.18	Scanning Electron Microscopy.....	113
4.2.2.19	X-ray diffraction	113
4.2.2.20	Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR)	113
4.2.2.21	Color attributes	113
4.2.2.22	Statistical analysis	114
4.3	Results and discussion	114
4.3.1	Shelf-life properties	115
4.3.2	Flow properties e microcapsules reconstitution	116
4.3.3	Color analyses	117
4.3.4	Morphological properties	118
4.3.5	XDR and FITR	120
4.4	Conclusion.....	122
5.	NUTRITIONAL ENRICHMENT OF CORN EXTRUDATES WITH CAROTENOID MICROCAPSULES: PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES AND CAROTENE RETENTION	131
5.1	Introduction	131
5.2	Material and methods.....	133
5.2.1	Material	133

5.2.2	Methods.....	133
5.2.2.1	<i>Microencapsulation of buriti oil</i>	133
5.2.2.2	<i>Extrusion cooking</i>	134
5.2.2.3	<i>β-carotene content</i>	136
5.2.2.4	<i>Expansion ratio and density of the extruded products</i>	136
5.2.2.5	<i>Hardness</i>	136
5.2.2.6	<i>Optical microscopy</i>	137
5.2.2.7	<i>Color attributes</i>	137
5.2.2.8	<i>Statistical analysis</i>	137
5.3	Results and discussion	138
5.3.1	Microcapsule size and morphology	138
5.3.2	Extruded snacks	138
5.3.2.1	<i>Physical characteristics</i>	138
5.3.3	Optical microscopy analysis.....	140
5.3.4	<i>β-carotene content</i>	143
5.4	Conclusion	144
CONCLUSÕES GERAIS E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS....		149
CONCLUSÕES GERAIS		150
SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS		151

INTRODUÇÃO GERAL

O bioma de cerrado brasileiro é um dos mais ricos e variados em termos de biodiversidade do mundo, sendo o segundo maior bioma da América do Sul. Muitos dos frutos encontrados no cerrado são ricos em compostos bioativos, podendo apresentar alternativas promissoras para o tratamento e prevenção de doenças. O buritizeiro (*Mauritia flexuosa* L.f.) é uma das palmeiras mais abundantes nesse bioma, e o que desperta o interesse em a sua exploração é o conteúdo de seu fruto, o óleo de buriti. O óleo é basicamente composto de carotenoides (principalmente β -caroteno), ácidos graxos com predominância do oleico e palmítico, e antioxidantes, caracterizando-se como uma das principais fontes de provitamina A encontrada na biodiversidade brasileira (BITAR; ALCÂNTARA, 2015; CRUZ et al., 2020; SOUSA et al., 2022).

O β -caroteno é um antioxidante que atua nos radicais livres que podem causar o estresse oxidativo de biomoléculas, tal estresse tem sido associado a diferentes tipos de dano celular, que acarretam em envelhecimento e ao desenvolvimento de doenças crônicas, inflamatórias e degenerativas, como câncer, doenças cardiovasculares, catarata e (CÂNDIDO, et al., 2015; RIBEIRO, 2008). Ainda, o β -caroteno é o mais potente dos compostos provitamina-A. A vitamina A é um nutriente essencial para o homem e a sua ingestão de maneira deficitária, tem relação com algumas doenças oculares (xerofthalmia e cegueira nutricional), além de ter relação com o retardo de crescimento e aumento da susceptibilidade a infecções (HUANG et al., 2022; RAMALHO et al., 2001).

As funções apresentadas pelos compostos bioativos presentes no óleo de buriti aumentam o interesse pela sua incorporação em produtos como alimentos, cosméticos ou suplementos alimentares. Há que se considerar, ainda, que além dos benefícios nutricionais, o óleo de buriti apresenta potencial para uso como corante natural nesse tipo de produtos. Por outro lado, os carotenoides são muito susceptíveis a fatores como o calor, luz, oxidação enzimática e não enzimática, levando à perda de sua atividade pró-vitamínica e até mesmo uma ligeira perda de cor (MEZZOMO, 2012). Uma alternativa para ampliar tanto a estabilidade como a gama de aplicações de óleos contendo compostos bioativos é a microencapsulação que, segundo Azeredo (2005), visa a proteção do material encapsulado contra fatores ambientais, retardando a perda de aromas, alterações de cor e/ou perda de valor nutricional. Além de proteger os compostos bioativos, a microencapsulação também pode potencializar a aplicação dos óleos vegetais, como, por exemplo, facilitar a incorporação de compostos líquidos em sistemas secos.

Segundo Thies (2007), em muitos casos, a microencapsulação visa a liberação controlada do composto encapsulado, ou seja, a liberação do composto é alcançada com a destruição da cápsula no momento desejado, seja na produção, na ingestão ou na digestão do produto. Existem, também, determinadas aplicações em que se pretende que a liberação do material encapsulado nunca ocorra. Nessas situações, a parede da cápsula deve permanecer intacta tanto no preparo do alimento quanto após a sua ingestão.

Nos últimos anos as microcápsulas estão sendo aplicadas como uma fonte de enriquecimento de vários compostos bioativos e em várias gamas industriais, desde médicas a alimentícia. Pensado na indústria alimentícia, a parede pode ser essencial para a boa preservação e consumo desses compostos, algumas das vezes esses compostos estão presentes em óleos, como o de buriti, o que pode ocasionar cheiro ou gosto desagradável e que precisa ser mascarado (JIA et al., 2021; SOLOMANDO et al., 2020; RAMÍREZ-MACEDO, VÉLEZ-RUÍZ, 2015).

A coacervação complexa é uma alternativa para microencapsular compostos lipofílicos, devido à alta eficiência de encapsulação e às condições de processamento suaves. A coacervação complexa é um fenômeno de separação de fase líquido-líquido que ocorre quando polímeros com cargas eletrostáticas opostas são submetidos a condições específicas de pH, produzindo agregados, que são chamados de complexos de biopolímeros. Esses complexos se agregam formando uma rede tridimensional devido à neutralização de carga. Para minimizar a energia livre interfacial do sistema, a fase de mistura se separa em nível macroscópico: uma fase rica nos dois biopolímeros (fase coacervada) e a outra fase rica em solvente. (THIES, 1996; 2007; GOUIN, 2004; SCHMITT; TURGEON, 2011; BORDÓN et al., 2021; BÖGER et al., 2021; COSTA et al., 2022).

As características das partículas dependem das condições de processo durante a encapsulação, como a natureza e a concentração dos polímeros e do agente ativo, agente reticulante e/ou agente surfactante, além do pH. No entanto, um dos parâmetros de processo mais importantes é a velocidade de agitação durante a dispersão do agente ativo na solução aquosa polimérica, visto que tal agitação influencia no tamanho das gotículas do agente ativo e consequentemente no tamanho das microcápsulas resultantes (JÉGAT; TAVERDET, 2000). Poucos estudos têm como objetivo descrever o efeito de parâmetros de processo (parâmetros de agitação, temperatura, tempo de residência, etc.) nas características do produto final. Em decorrência, a ampliação de escala do processo é

quase sempre feita de forma empírica, por tentativa e erro, à custa de recursos financeiros e materiais (LEMETTER et al., 2009).

Outro fator limitante da técnica, segundo Mehnert e Mader (2001), é a elevada quantidade de água necessária no meio de coacervação, que pode chegar a uma dispersão com 90% de água. Isso acarreta em uma baixa quantidade de cápsulas obtidas e compromete a produtividade do processo. A coacervação só ocorre dentro de uma faixa limitada de concentração de seus materiais de parede, sendo assim, o aumento da concentração pode interferir negativamente (THIES, 2007). Após a formação das microcápsulas, elas precisam ser secas para permitir serem armazenadas por mais tempo, ou para que possam ser aplicadas em sistemas secos. A liofilização é o método de secagem mais utilizado para microcápsulas produzidas por coacervação complexa, mas apesar de resultar em um produto de alta qualidade, é um método demorado e de alto custo. A secagem por atomização também tem sido aplicada, com a vantagem de produzir partículas individuais, mas o cisalhamento envolvido na atomização pode provocar danos às paredes das microcápsulas.

Existe, portanto, demanda de estudos para a determinação mais sistemática do efeito dos vários parâmetros de processo, obtenção de métodos de ampliação de escala, métodos alternativos de secagem das microcápsulas, bem como estudos do comportamento das mesmas quando aplicadas em diferentes produtos.

REFERENCES

BASTO, G. J.; CARVALHO, C. W. P.; SOARES, A. G.; COSTA, H. T. G. B.; CHÁVEZ, D. W. H.; GODOY, R. L. O.; PACHECO S. Physicochemical properties and carotenoid content of extruded and non-extruded corn and peach palm (*Bactris gasipaes*, Kunth), **LWT - Food Science and Technology**, v. 69, p. 312-318, 2016.

BRENNAN, C.; BRENNAN, M.; DERBYSHIRE, E.; TIWARI, B. K. Effects of extrusion on the polyphenols, vitamins and antioxidant activity of foods, **Trends in Food Science & Technology**, v. 22, p. 570-575, 2011.

CAMPANELLA, O. H.; LI, P. X.; ROSS, K. A.; OKOS, M. R. The role of rheology in extrusion. In: WELTI-CHANES, J.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; AGUILERA, J. M. (Eds.), **Engineering And Food For The 21st Century**. Boca Raton: CRC Press, 2002. p. 393-413.

DELGADO-NIEBLAS, C. I.; ZAZUETA-MORALES, J. J.; GALLEGOS-INFANTE, J. A.; AGUILAR-PALAZUELOS, E.; CAMACHO-HERNÁNDEZ, I. L.; ORDORICA-FALOMIR, C. A.; PIRES DE MELO, M.; CARRILLO-LÓPEZ, A. Elaboration of functional snack foods using raw materials rich in carotenoids and dietary fiber: effects of extrusion processing. **CyTA - Journal of Food**, v. 13, p. 69-79, 2015.

DELGADO-NIEBLAS, C.; AGUILAR-PALAZUELOS, E.; GALLEGOS-INFANTE, A.; ROCHA-GUZMÁN, N.; ZAZUETA-MORALES, J.; CARO-CORRALES, J. Characterization and optimization of extrusion cooking for the manufacture of third-generation snacks with winter squash (*Cucurbita moschata* D.) flour. **Cereal Chemistry**, v. 89, p. 65–72, 2012.

DE PILLI, T., CARBONE, B. F., DEROSI, A., FIORE, A. G., SEVERINI, C. Effects of operating conditions on oil loss and structure of almond snacks. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 43, p. 430-439, 2008.

DE ROSSO, V. V.; MERCADANTE, A. Z. Identification and quantification of carotenoids, by HPLC-PDA-MS/MS, from Amazonian fruits. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 55, p. 5062–5072, 2007.

FERREIRA, S.; NICOLETTI, V. R. Microencapsulation of ginger oil by complex coacervation using atomization: Effects of polymer ratio and wall material concentration, **Journal of Food Engineering**, v. 291, p. 110214, 2021

HIRTH, M.; LEITER, A.; BECK, S. M.; SCHUCHMANN, H. P. Effect of extrusion cooking process parameters on the retention of bilberry anthocyanins in starch based food. **Journal of Food Engineering**, v. 125, p. 139-146, 2014.

KAISANGSRI, N.; KOWALSKI, R.; WIJESEKARA, I.; KERDCHOECHUEN, O.; LAOHAKUNJIT, N.; GANJYAL, G. Carrot pomace enhances the expansion and nutritional quality of corn starch extrudates, **LWT - Food Science and Technology**, v. 68, p. 391-399, 2016.

LEMOS, Y. P.; MARFIL, P. H. M.; NICOLETTI, V. R. Particle size characteristics of buriti oil microcapsules produced by gelatin-sodium alginate complex coacervation: Effect of stirring speed. **International journal of food properties**, v. 20, n. S2, p. S1438–S1447, 2017.

LIMA, D. B.; DAMIANI, L. P.; FUJIMORI, E. Vitamin A deficiency in brazilian children and associated variables. **Revista Paulista de Pediatria**, v. 36, n. 2, p. 176-185, 2018.

MAGALI, L.; SOUZA, L. B.; MISCHAN, M. M. Production of extruded snacks from cassava starch and orange fiber. **Ciência Rural**, v. 40, p. 1411-1417, 2010.

MARFIL, P. H. M.; VASCONCELOS, F. H. T.; PONTIERI, M. H.; TELIS, V. R. N. Development and validation of analytical method for palm oil determination in microcapsules produced by complex coacervation. **Química Nova**, v. 39, n. 1, p. 94-99, 2016.

MORARU, C. L., & KOKINI, J. L. Nucleation and expansion during extrusion and microwave heating of cereal foods. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 2, 147–165, 2003

NKHATA, S. G.; CHILUNGO, S.; MEMBA, A.; MPONELA, P. Biofortification of maize and sweet potatoes with provitamin A carotenoids and implication on eradicating vitamin A deficiency in developing countries. **Journal of Agriculture and Food Research**, v. 2, p. 100068, 2020.

OBRADOVIĆ, V.; BABIĆ, J.; ŠUBARIĆ, D.; JOZINOVIĆ, A.; AČKAR, D.; KLARIĆ, I. Influence of dried Hokkaido pumpkin and ascorbic acid addition on chemical properties and colour of corn extrudates. **Food Chemistry**, v. 183, p. 136-143, 2015.

ORTAK, M.; CALTINOGLU, C.; SENSOY, I.; KARAKAYA, S.; MERT, B. Changes in functional properties and in vitro bioaccessibilities of β -carotene and lutein after extrusion processing. **Journal of Food Science and Technology**, v. 54, p. 3543–3551, 2017.

PAULA, A. M, CONTI-SILVA, A. C. Texture profile and correlation between sensory and instrumental analyses on extruded snacks. **Journal of Food Engineering**, v. 121, p. 9-14, 2014.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B.; KIMURA, M. **Harvestplus Handbook for Carotenoid Analysis**. HarvestPlus Technical Monograph 2. Washington, DC and Cali: International Food Policy Research Institute (IFPRI) and International Center for Tropical Agriculture (CIAT), 57p. 2004.

RODRIGUEZ-AMAYA, D. B. **A guide to carotenoid analysis in foods**, Washington, International Life Sciences Institute, 1999.

RODRIGUEZ-AMAYA D. B. Assessment of the provitamin A contents of foods - The Brazilian experience. **Journal Food Composition and Analysis**, v. 9, p. 196-230, 1996.

SHADDEL, R.; HESARI, J.; AZADMARD-DAMIRCHI, S.; HAMISHEHKAR, H.; FATHI-ACHACHLOUEI, B.; HUANG, Q. Use of gelatin and gum Arabic for encapsulation of black raspberry anthocyanins by complex coacervation. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 107, Part B, p. 1800–1810, 2018.

SAELEAW, M.; DÜRRSCHMID, K.; SCHLEINING, G. The effect of extrusion conditions on mechanical-sound and sensory evaluation of rye expanded snack. **Journal of Food Engineering, Essex**, v. 110, n. 4, p. 532-540, 2012.

TONYALI, B., SENSOY, I., AND KARAKAYA, S. The effect of extrusion on the functional components and in vitro lycopene bioaccessibility of tomato pulp added corn extrudates. **Food & Function Journal**, v. 7, p. 855-860, 2016.

CONCLUSÕES GERAIS

Foi possível determinar a melhor condição de processo para a produção das microcápsulas de óleo de butiri por coacervação complexa, utilizando o par gelatina/goma arábica, sendo as melhores condições encontradas: frequência de agitação de 1000 rpm e a utilização de defletores no vaso de agitação, o que proporcionou as melhores microcápsulas quando observado seus valores médios e de span. Também foi possível concluir que os parâmetros reológicos das emulsões formadoras das microcápsulas são de suma importância para a sua produção; nesse trabalho foi possível observar que emulsões dilatantes necessitam de menores valores de agitação para a produção das microcápsulas e emulsões pseudoplásticas necessitam de maiores valores de agitação para apresentarem melhores resultados.

Os dois pares testados apresentaram bons resultados para a produção das microcápsulas apresentando bons valores de eficiência de microencapsulação, com valores acima de 80% e nas melhores condições valores médios abaixo de 50 μm . A secagem dos dois pares por espuma e por filme se mostrou boa alternativa à liofilização, sendo uma condição para mitigação dos custos de produção de microcápsulas.

A aplicação de microcápsulas para enriquecer snacks de milho com carotenoides se mostrou eficiente, apresentando bons teores de carotenoides por grama de snack até mesmo para as amostras em que as microcápsulas foram extrusadas. No entanto, os melhores valores encontrados foram para as amostras aonde o óleo e as microcápsulas foram adicionados junto com os condimentos.

De maneira geral, o trabalho obteve boas conclusões de quais são os parâmetros que influenciam diretamente nas condições finais das microcápsulas, produzindo boas microcápsulas que foram aplicadas em um produto alimentício como uma possível fonte de carotenoides.