

RESSALVA

Atendendo solicitação do autor, o texto completo desta dissertação será disponibilizado somente a partir de 28/02/2022.

Adilson Roberto Locali Pereira

**Microencapsulação por *spray drying* do óleo essencial de pimenta rosa
(*Schinus terebinthifolius* Raddi): emulsões de camada dupla estabilizadas
com SPI/pectina vs. emulsões de camada única estabilizadas com SPI**

São José do Rio Preto
2020

Adilson Roberto Locali Pereira

Microencapsulação por *spray drying* do óleo essencial de pimenta rosa (*Schinus terebinthifolius Raddi*): emulsões de camada dupla estabilizadas com SPI/pectina vs. emulsões de camada única estabilizadas com SPI

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência 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: CNPq e FAPESP (Processo nº 2016/22727-8)

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Vânia Regina Nicoletti

Coorientadora: Prof^ª. Dr^ª. Marília Gonçalves Catellan

São José do Rio Preto
2020

P436m

Pereira, Adilson Roberto Locali

Microencapsulação por spray drying do óleo essencial de pimenta rosa (Schinus terebinthifolius Raddi): emulsões de camada dupla estabilizadas com SPI/pectina vs. emulsões de camada única estabilizadas com SPI / Adilson Roberto Locali Pereira. -- São José do Rio Preto, 2020
92 f. : il., tabs.

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

Orientadora: Vânia Regina Nicoletti

Coorientadora: Marília Gonçalves Catellan

1. Microencapsulação. 2. Secagem em spray. 3. Óleos essenciais. I. Título.

Adilson Roberto Locali Pereira

**Microencapsulação por *spray drying* do óleo essencial de pimenta rosa
(*Schinus terebinthifolius Raddi*): emulsões de camada dupla estabilizadas
com SPI/pectina vs. emulsões de camada única estabilizadas com SPI**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia e Ciência de Alimentos, junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência 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.

Financiadoras: CNPq e FAPESP (Processo nº 2016/22727-8)

Comissão Examinadora

Prof^a. Dr^a. Vânia Regina Nicoletti
Unesp/Ibilce – Câmpus de São José do Rio Preto
Orientadora

Prof^a. Dr^a. Samantha Cristina de Pinho
USP/FZEA – Câmpus Pirassununga

Prof. Dr. Roger Darros Barbosa
Unesp/Ibilce – Câmpus de São José do Rio Preto

São José do Rio Preto
28 de fevereiro de 2020

*Aos meus pais, Adilson e Maria Rosa,
e meus irmãos Bruno e Anelize.*

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, a quem eu devo tudo o que já conquistei.

Aos meus irmãos, Bruno e Anelize, pelo apoio em todos os momentos.

A Prof^a Vânia, agradeço pela oportunidade, pelo conhecimento transmitido e por sempre incentivar a pesquisa.

Ao Prof. Roger e a Prof^a Samantha por aceitarem o convite de compor a banca de defesa.

Agradeço todos os professores do DETA/Unesp, que desde a minha graduação compartilham seus conhecimentos dentro ou fora das salas de aula.

À empresa LINAX pela extração e fornecimento do óleo essencial de pimenta rosa e pela parceria no projeto.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela bolsa de apoio financeiro para a realização do projeto de mestrado.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo apoio financeiro oferecido pelo Processo nº 2016/22727-8.

À Michelle, pela ajuda nas análises de DSC e CG-FID.

À Prof^a Natália, pela análise de identificação de voláteis no CG-MS.

À Nathalie, pelo suporte nas análises de atividade antioxidante e antimicrobiana.

À Daniele pelo apoio nas análises de cromatografia.

À Prof^a Marília pela co-orientação.

Ao Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE/DEMa/UFSCar) pela análise de microscopia eletrônica de varredura.

Ao Laboratório de Engenharia de Alimentos (LEA/EPUSP/USP) pela análise de densidade de partículas em picnômetro a gás.

Ao Laboratório de Engenharia de Processos (FEA/Unicamp) pela análise de distribuição de tamanho de partículas.

Aos colegas do Laboratório de Medidas Físicas por toda ajuda na realização de análises.

Aos amigos de pós-graduação, que ingressaram comigo em 2018, Marcio, Rodrigo, Kamilla, Carol e Bruna, obrigado por todos os momentos compartilhados.

*“Conheces o nome que te deram,
não conheces o nome que tens”*

José Saramago (Todos os Nomes)

RESUMO

A microencapsulação por *spray drying* de materiais hidrofóbicos, como o óleo essencial de pimenta rosa (*Schinus terebinthifolius* Raddi), baseia-se na estabilização eficiente da emulsão óleo em água a ser seca. Os complexos resultantes de interações eletrostáticas entre proteínas e polissacarídeos são capazes de fornecer maior atividade interfacial quando comparados às proteínas sozinhas. O principal objetivo deste trabalho foi examinar o papel da pectina nas propriedades físico-química de microcápsulas produzidas por *spray drying* estabilizadas por uma camada única de proteína ou por uma dupla camada de proteína/pectina. O óleo de pimenta rosa foi caracterizado em relação a sua composição de voláteis, índice de refração, densidade, viscosidade, tensão superficial e faixa de temperatura de evaporação. Foram avaliadas a atividade da água, higroscopicidade, isothermas de sorção, reconstituição, propriedades de fluxo, tamanho de partícula e propriedades morfológicas dos pós secos. A estabilidade durante o armazenamento foi avaliada, bem como sua atividade antioxidante. A atividade antimicrobiana das microcápsulas foi determinada *in vitro* e *in situ* usando leite integral e desnatado como sistemas modelo. A composição química do óleo essencial mostrou predominância de α -pineno, β -pineno, β -mirceno, δ -3-careno, D-limoneno e germacreno D. As partículas SPI/pectina melhor preservaram as proporções dos compostos voláteis presentes no óleo puro, enquanto partículas contendo apenas SPI apresentaram maior perda (cerca de 10%) de compostos voláteis após a produção. O índice de refração e a densidade do óleo de pimenta rosa foram 1,473 e 845,10 kg/m³, respectivamente, apresentando resultados característicos de óleos com grande número de cadeias não saturadas. O óleo apresentou comportamento reológico típico de um fluido Newtoniano e sua temperatura de ebulição variou de 148,9 a 197,4 °C. Os pós produzidos a partir de emulsões de dupla camada apresentaram maior atividade de água e menor higroscopicidade (0,280, 8,5%) quando comparados aos pós de camada única (0,176, 9,3%). Ambos os pós apresentaram boa solubilidade em água (cerca de 70%) e boa dissolução em água e em óleo. A fluidez do pó foi afetada pela formulação, com pós de camada única apresentando maior coesão do que os de camada dupla. A adição de pectina permitiu uma distribuição mais homogênea dos tamanhos das partículas, impedindo a formação de partículas e aglomerados superdimensionados. A microscopia eletrônica de varredura mostrou partículas esféricas com ausência de poros, o que é desejável para maior preservação dos compostos voláteis. As isothermas de sorção dos pós foram classificadas como isothermas sigmóides do tipo II, com o modelo GAB apresentando bom ajuste aos dados experimentais. Ambas microcápsulas

permitiram uma liberação gradual de voláteis, bem como melhor preservação de suas propriedades antioxidantes durante o armazenamento em comparação ao óleo livre. No ensaio de atividade antimicrobiana *in vitro*, as partículas de SPI/pectina apresentaram maiores halos de inibição nos primeiros dias avaliados. Quando adicionadas ao leite, ambas as formulações reduziram o crescimento bacteriano em quantidades que variaram de 2 a 6 Log UFC/mL para as amostras avaliadas, enquanto o óleo puro apresentou um comportamento semelhante ao controle, sem nenhum tratamento. Foi observada redução mais rápida do crescimento microbiano no leite para partículas de SPI/pectina.

Palavras-chave: Óleo essencial de pimenta rosa. Isolado proteico de soja. Pectina de alta metoxilação. *Spray drying*. Microencapsulação. Interação proteína-polissacarídeo.

ABSTRACT

Microencapsulation by *spray drying* of hydrophobic materials, such as pink pepper essential oil (*Schinus terebinthifolius* Raddi), relies on the efficient stabilization of the oil-in-water emulsion to be dried. Association colloids resulting from electrostatic interactions between proteins and polysaccharides are able to provide higher interfacial activity compared to proteins alone. The main purpose of this study was to examine the role of pectin in the physical properties of emulsion and *spray drying* powders stabilized by protein single-layer or by double layer of protein/pectin. Pink pepper oil was characterized by volatile composition, refractive index, density, viscosity, surface tension and evaporation temperature range. Water activity, hygroscopicity, sorption isotherms, reconstitution, flow properties, particle size and morphological properties of the dry powders were evaluated. Storage stability was evaluated as well as antioxidant activity. The antimicrobial activity of microcapsules was determined *in vitro* and *in situ* using whole and skimmed milk as model systems. The chemical composition of the essential oil showed the predominance of α -pinene, β -pinene, β -mircene, δ -3-carene, D-limonene and Germacrene D. SPI/pectin particles better preserved the volatile proportions present in pure oil, whereas particles containing only SPI presented greater loss (about 10%) of volatile compounds after production. The refractive index and density of the pink pepper oil were 1.473 and 845.10 kg/m³, respectively, presenting characteristic results of oils with a great number of unsaturated chains. The oil had typical rheological behavior of a Newtonian fluid and its boiling temperature ranged from 148.9 to 197.4 °C. Powders produced from double-layer emulsions presented higher water activity and lower hygroscopicity (0.280, 8.5%) compared to single-layer powders (0.176, 9.3%). Both powders presented good water solubility (about 70%) and good dissolution in water and in oil. Powder flowability was affected by formulation, with single-layer powders presenting greater cohesion than double-layer ones. Addition of pectin allowed a more homogeneous distribution of particle sizes, preventing formation of oversized particles and agglomerates. Scanning electron microscopy showed spherical particles with absence of pores, which is desirable for greater preservation of the volatile compounds. Sorption isotherms of the powders were classified as sigmoid isotherms type II, and the GAB model presented a good fit to experimental data. Both microcapsules allowed a more gradual release of volatiles, as well as a better preservation of their antioxidant properties during storage than the free oil. In the *in vitro* antimicrobial activity assay, the SPI/pectin particles presented larger inhibition halos in the first days of the evaluated period. When added to milk, both formulations reduced bacterial growth by 2 to 6 Log CFU/mL, while

pure oil showed similar behavior to the control, without any treatment. A faster reduction of microbial growth in milk was observed for SPI/pectin particles.

Keywords: Pink pepper essential oil. Soy protein isolate. High methoxylation pectin. Spray drying. Microencapsulation. Protein-polysaccharide interaction.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Pimenta rosa (<i>Schinus terebinthifolius</i> Raddi).....	20
Figura 2 - Esquema de micropartículas com sistema reservatório (a) e matricial (b).....	23
Figura 3 - Esquema de microcápsula de camada única (a) e de camada dupla (b).....	27
Figura 4 - Picos de α -pineno (1), sabineno (2), β -pineno (3), β -mirceno (4), α -felandreno (5) δ -3-careno (6), p-cimeno (7), D-limoneno (8), δ -elemeno (9), cariofileno (10), germacreno D (11), α -muuroleno (12), δ -cadineno (13), Elemol (14) e Germacreno B (15) no cromatograma de óleo essencial de pimenta rosa (a); Termograma típico obtido em DSC da vaporização dos voláteis do óleo essencial (b).....	48
Figura 5 - Distribuição do tamanho de partículas para as microcápsulas de SPMO e SMO.....	57
Figura 6 - Micrografias MEV capturadas em FEI Magellan 400 L das microcápsulas de óleo essencial de pimenta rosa produzidas por <i>spray drying</i> de emulsões de camada única (a, c, e) e dupla camada (SPMO) (b, d, f).....	59
Figura 7 - Micrografias MEV capturadas por Philips XL-30 FEG das microcápsulas de óleo essencial de pimenta rosa produzidas por <i>spray drying</i> de emulsões de camada única (SMO) (a, c) e dupla camada (SPMO) (b, d).....	60
Figura 8 - Umidade de equilíbrio e aspecto físico das amostras de pó armazenadas em diferentes umidades relativas (25°C).....	62
Figura 9 - Isotermas de adsorção das microcápsulas de óleo de pimenta rosa a 25°C ajustadas para o modelo de GAB.....	63
Figura 10 - Liberação de α -pineno (a), β -pineno (b), β -mirceno (c), δ -3-careno (d), D-limoneno (e) e germacreno D (f) do óleo essencial de pimenta rosa puro (OEP) e do óleo extraído das microcapsulas de camada única (SMO) e de camada dupla (SPMO) durante 20 dias de armazenamento (25°C / UR = 52.3%).....	65
Figura 11 - Atividade antioxidante equivalente ao Trolox (μ g Trolox / mg de amostra) do óleo essencial puro (PEO) e dos óleos extraídos de microcápsulas de camada única (SMO) e de camada dupla (SPMO) no tempo t = 0 e t = 20 de armazenamento (25°C / UR: 52,3%).....	68
Figura 12 - Crescimento de <i>S. aureus</i> ATCC 6538 em leite desnatado (a) ou integral (b) e de <i>L. monocytogenes</i> ATCC 15313 em leite desnatado (c) ou integral (d) a 37°C.....	73
Figura 1A - Câmara de secagem com gotejamento da amostra.....	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Monoterpenos e sesquiterpenos encontrados em óleos essenciais	22
Tabela 2 - Composição das emulsões de camada única de proteína (SMO) e de dupla camada de proteína/pectina (SPMO)	32
Tabela 3 - Composição dos voláteis e propriedades físico-químicas do óleo essencial de pimenta rosa	45
Tabela 4 - Propriedades físico-químicas das microcápsulas de óleo essencial de pimenta rosa sem pectina (SMO) e com pectina (SPMO)	51
Tabela 5 - Parâmetros do modelo de GAB ajustado para as amostras de microcápsulas	63
Tabela 6 - Atividade antimicrobiana de microcapsulas de óleo essencial de pimenta rosa de camada única (SMO) e de camada dupla (SPMO) em diferentes tempos de armazenamento....	71
Tabela 1A - Umidade dos materiais de parede utilizados na produção das microcapsulas	90
Tabela 2A - Proporções dos materiais utilizados no preparo das emulsões testadas	91
Tabela 3A - Rendimento e umidade dos pós secos a 120, 140, 160 e 180°C	92

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	17
2.1 Objetivos específicos	17
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	18
3.1 Óleos essenciais	18
3.1.1 Óleo essencial de pimenta rosa (<i>Schinus terebinthifolius</i> Raddi)	19
3.1.1.1 Terpenos	21
3.2 Microencapsulação de óleos essenciais por spray drying	23
3.3 Interação entre proteínas e polissacarídeos	26
3.3.1 Isolado proteico de soja	27
3.3.2 Pectina de alta metoxilação	28
3.4 Atividade antimicrobiana de microcápsulas de óleo essencial	30
4 MATERIAIS E MÉTODOS	32
4.1 Materiais	32
4.2 Métodos	32
4.2.1 Produção das microcápsulas de óleo essencial de pimenta rosa	32
4.2.1.1 Preparo das emulsões de camada única e de camada dupla	32
4.2.1.2 Produção das microcápsulas por spray drying	33
4.2.2 Caracterização do óleo essencial de pimenta rosa	33
4.2.2.1 Compostos voláteis: análise CG-MS e CG-FID	33
4.2.2.2 Índice de refração	34
4.2.2.3 Densidade e tensão superficial	35
4.2.2.4 Viscosidade	35
4.2.2.5 Temperatura de vaporização	35
4.2.3 Caracterização das microcápsulas	35
4.2.3.1 Rendimento de secagem	35
4.2.3.2 Retenção de óleo	36
4.2.3.3 Umidade e atividade de água das microcápsulas	36

4.2.3.4 Higroscopicidade.....	36
4.2.3.5 Tempo de dissolução	36
4.2.3.6 Tempo de molhamento	37
4.2.3.7 Solubilidade	37
4.2.3.8 Ângulo de contato	37
4.2.3.9 Densidade aparente e densidade compactada	38
4.2.3.10 Densidade real e porosidade aparente	38
4.2.3.11 Fluidez e coesividade dos pós.....	38
4.2.3.12 Ângulo de repouso.....	39
4.2.3.13 Distribuição do tamanho de partícula	39
4.2.3.14 Morfologia de partículas	40
4.2.4 Estabilidade no armazenamento das microcápsulas	40
4.2.4.1 Isotermas de sorção de água	40
4.2.4.2 Liberação dos voláteis	41
4.2.4.3 Atividade antioxidante.....	41
4.2.5 Atividade antimicrobiana das microcápsulas	42
4.2.5.1 Atividade antimicrobiana in vitro	42
4.2.5.2 Efeito inibidor do crescimento bacteriano em leite	43
4.2.6 Análise Estatística	43
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	44
5.1 Caracterização do óleo essencial de pimenta rosa	44
5.2 Propriedades físico-químicas das microcápsulas	50
5.2.1 Propriedades de vida de prateleira: umidade, atividade de água e higroscopicidade das microcápsulas.	52
5.2.2 Propriedades de reconstituição e fluxo dos pós	53
5.2.3 Distribuição do tamanho de partículas e propriedades morfológicas	57
5.3 Estabilidade no armazenamento das microcápsulas.....	61
5.3.1 Isotermas de sorção	61
5.3.2 Liberação dos voláteis	64
5.3.3 Atividade antioxidante.....	68

5.4 Atividade antimicrobiana das microcápsulas	70
5.4.1 Atividade antimicrobiana in vitro	70
5.4.2 Efeito inibidor do crescimento bacteriano em leite.....	72
6 CONCLUSÃO.....	75
7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	76
REFERÊNCIAS.....	77
APÊNDICE A – TESTES PRELIMINARES	88

1 INTRODUÇÃO

Os óleos essenciais têm despertado interesse de indústrias e pesquisadores nos últimos anos por serem compostos naturais, extraídos de plantas aromáticas e possuírem uma complexa composição química que lhes confere atividade bioativa. O mercado de óleos essenciais tem se expandido de tal forma que se estima que sua procura apresente taxa de crescimento anual em torno de 8,6% no período compreendido entre os anos de 2019 e 2025 (GRANDVIEW-RESEARCH, 2019). O baixo rendimento de extração - de aproximadamente 1% dependendo da espécie - somado à pouca quantidade de plantas aromáticas existentes (cerca de 10% de todas as espécies de plantas no mundo) transforma os óleos essenciais em compostos de alto valor no mercado (SVOBODA; GREENAWAY, 2003).

O óleo essencial de pimenta rosa é extraído dos frutos da aroeira vermelha (*Schinus terebinthifolius* Raddi), árvore nativa do Brasil e amplamente encontrada em outros países da América do Sul (LORENZI; MATOS, 2008). Esse óleo possui monoterpenos como o limoneno e o mirceno dentre os compostos químicos majoritários em sua composição (CAVALCANTI et al., 2015). Alguns trabalhos realizados demonstram que o óleo essencial de pimenta rosa apresentou resultados positivos na inibição de crescimento bacteriano e fúngico em alimentos, aumento da vida de prateleira e potencial para encapsulação (DANNENBERG et al., 2016; DANNENBERG et al., 2017; ANDRADE et al., 2017; ROMANI et al. 2018).

Tendo em vista que a aplicação de óleos essenciais em alimentos em sua forma livre é dificultada pela sua alta volatilidade e baixa solubilidade em água, assim como redução de suas propriedades antimicrobianas e antioxidantes devido a interações com outros componentes da matriz do alimento, estudos atestam que o uso da técnica de microencapsulação apresenta vantagens em proteger os agentes bioativos de fatores externos adversos e garantir maior estabilidade durante o armazenamento desses produtos (MARESCA et al., 2016; CASTRO-ROSAS et al., 2017).

A microencapsulação por *spray drying* destaca-se por ser uma técnica amplamente utilizada na produção de microcápsulas na indústria, apresentando baixo custo de processamento, simples operação e possibilidade de operação contínua (WU et al., 2014). A microencapsulação de materiais hidrofóbicos por esta técnica depende da estabilização eficiente da emulsão de óleo em água a ser seca, a partir da adição de surfactantes, como as proteínas e polissacarídeos.

As proteínas presentes no isolado proteico de soja (SPI), devido ao seu caráter parcialmente hidrofílico e parcialmente hidrofóbico, formam uma camada adsorvida na

interface óleo/água de uma emulsão, justificando a sua aplicação como emulsificante na indústria (SINGH; MOHAMED, 2007). Por outro lado, um polissacarídeo como a pectina de alta metoxilação possui uma estrutura de polieletrólito aniônico linear, o que lhe confere grande potencial como estabilizante em emulsões (ABERKANE; ROUDAUT; SAUREL, 2014). Abaixo do pH isoeletrico da proteína (em torno de 4,0), as proteínas e a pectina são atraídas devido a existência de cargas opostas, formando complexos (LAM et al., 2007). Os complexos resultantes de interações eletrostáticas entre proteínas e polissacarídeos apresentam maior atividade interfacial quando comparados às proteínas isoladamente e, quando aplicados na formação de emulsões a serem submetidas à secagem por *spray drying*, produzem microcápsulas de dupla camada, favorecendo a preservação do óleo encapsulado (SERFERT et al., 2013).

Freitas et al. (2017) avaliaram o uso do isolado proteico de soja e da pectina de alta metoxilação como materiais de parede em processos de microencapsulação. Os autores destacam que a interação formada pelo complexo proteína-polissacarídeo na etapa de emulsificação confere maior estabilidade às microcápsulas formadas, com potencial de aplicação na indústria de alimentos. Por outro lado, a secagem por *spray drying* das emulsões sem a adição de um carreador como a maltodextrina não se mostrou viável, de modo que as microcápsulas resultantes foram constituídas por uma combinação de três biopolímeros. A partir desses resultados, a questão que se coloca é qual o real papel da pectina na composição da microestrutura das cápsulas, isto é, se a interação eletrostática entre as proteínas e a pectina é significativa na proteção do material microencapsulado, ou se a adição da maltodextrina, um polissacarídeo neutro, seria suficiente para complementar a ação das proteínas da soja na matriz encapsulante.

Assim, a objetivo do presente trabalho foi analisar comparativamente as microcápsulas de óleo essencial de pimenta rosa produzidas a partir de emulsões de camada única, utilizando apenas SPI como estabilizante, e de emulsões estabilizadas por dupla camada, formadas a partir da interação eletrostática das proteínas da soja com pectina de alta metoxilação, ambas adicionadas de maltodextrina como adjuvante de secagem por *spray drying*.

6 CONCLUSÃO

O óleo essencial de pimenta rosa apresentou predominância de α -pineno, β -pineno, β -mirceno, δ -3-careno, D-limoneno e germacreno D em sua composição química. As microcápsulas de SPI/pectina apresentaram melhor preservação dos compostos voláteis após o processo de microencapsulação, enquanto as microcápsulas de camada única, estabilizadas apenas com SPI, apresentaram maior perda de voláteis após a secagem em *spray dryer*. Isto sugere que o revestimento de pectina nas partículas durante a secagem por *spray drying* permite a formação de uma camada semipermeável nas microcápsulas, influenciando a retenção mais eficaz de voláteis na matriz encapsulante de proteína-pectina. A adição de pectina afetou ainda as propriedades dos pós secos em *spray dryer* relacionadas à vida de prateleira, reconstituição, fluxo, tamanho de partícula e morfologia. Pós de SPI/pectina absorveram menos água e foram menos coesos. Ambos os pós mostraram boa solubilidade e dissolução em água e óleo. As microcápsulas se apresentaram esféricas, com ligeiras depressões e livres de rachaduras. A adição de pectina reduziu a formação de partículas e aglomerados superdimensionados, permitindo uma distribuição de tamanho de partícula mais homogênea. As isotermas de sorção dos pós foram classificadas como isotermas sigmóides do tipo II, com as microcápsulas sem adição de pectina absorvendo mais água quando armazenadas em altas umidades relativas. O perfil de liberação de voláteis foi semelhante nas duas formulações nas condições de armazenamento avaliadas, sendo que ambas microcápsulas permitiram uma liberação mais gradual de voláteis, bem como uma melhor preservação de suas propriedades antioxidantes durante o armazenamento em comparação ao óleo livre. No ensaio de atividade antimicrobiana *in vitro*, as partículas de SPI/pectina apresentaram maiores halos de inibição nos primeiros dias avaliados. Quando adicionadas ao leite, ambas as formulações de microcápsulas reduziram o crescimento bacteriano para as amostras avaliadas, sendo que uma redução mais rápida do crescimento microbiano foi observada para partículas de SPI/pectina. O óleo puro apresentou um comportamento semelhante ao controle, não apresentando bons resultados de inibição, o que pode ser explicado pela interação do óleo essencial com os componentes do leite, tornando-o menos biodisponível, enquanto que no caso das microcápsulas, a parede formada pelos biopolímeros diminuiu a interação do óleo com os demais componentes do leite, aumentando sua bioatividade. De forma geral, a adição de pectina na produção das microcápsulas se mostrou uma estratégia de reforço eficaz, melhorando resultados de propriedades físico-químicas, de estabilidade ao armazenamento e de atividade antimicrobiana do óleo encapsulado e destacando o potencial de aplicação dessas partículas como um bioconservante em alimentos.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros a serem desenvolvidos na área de microencapsulação de óleos essenciais por *spray drying*, as seguintes sugestões são apresentadas:

- Avaliação da composição de voláteis presentes em microcápsulas produzidas em *spray drying* utilizando-se temperaturas de secagem superiores à temperatura utilizada neste trabalho (140°C);
- Investigar a estabilidade dos voláteis presentes no óleo essencial utilizando diferentes temperaturas e umidades relativas, além de avaliar a estabilidade oxidativa das microcápsulas na presença de luz;
- Determinar a concentração mínima inibitória de microcápsulas de óleo essencial para inibição de crescimento dos principais microrganismos patogênicos e deteriorantes em alimentos.

REFERÊNCIAS

- ABDOU, R.; SALEH, S.; KHALIL, W. Toxicological and biochemical studies on *Schinus terebinthifolius* concerning its curative and hepatoprotective effects against carbon tetrachloride-induced liver injury. **Pharmacognosy Magazine**, v. 11, n. 42, p. 93, 2015.
- ABERKANE, L.; ROUDAUT, G.; SAUREL, R. Encapsulation and Oxidative Stability of PUFA-Rich Oil Microencapsulated by Spray Drying Using Pea Protein and Pectin. **Food Bioprocess Technology**, v. 7, n. 5, p. 1505–1517, 2014.
- AFFONSO, C. R. G.; FERNANDES, R. M.; OLIVEIRA, J. M. G.; MARTINS, M. C. C.; LIMA, S. G.; JÚNIOR, G. R. S.; MORENO FERNANDES, M. Z. L. C.; ZANINI, S. F. Effects of the Essential Oil from Fruits of *Schinus terebinthifolius* Raddi (Anacardiaceae) on Reproductive Functions in Male Rats. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 23, n. 1, p. 180 – 185, 2012.
- AL-ZOREKY, N. S.; AL-TAHER, A. Y. In vitro and in situ inhibition of some food-borne pathogens by essential oils from date palm (*Phoenix dactylifera* L.) spathe. **International Journal of Food Microbiology**, v. 299, p. 64 – 70, 2019.
- ALBANO, K. M.; CAVALLIERI, Â. L. F.; NICOLETTI, V. R. Electrostatic interaction between proteins and polysaccharides: Physicochemical aspects and applications in emulsion stabilization. **Food Reviews International**, v. 35, n. 1, p. 54–89, 2019.
- ALBANO, K. M.; NICOLETTI, V. R. Ultrasound impact on whey protein concentrate-pectin complexes and in the O/W emulsions with low oil soybean content stabilization. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 41, p. 562–571, 2018.
- ALVARENGA BOTREL, D.; VILELA BORGES, S.; VICTÓRIA DE BARROS FERNANDES, R.; DANTAS VIANA, A.; MARIA GOMES DA COSTA, J.; REGINALDO MARQUES, G. Evaluation of spray drying conditions on properties of microencapsulated oregano essential oil. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, n. 11, p. 2289 – 2296, 2012.
- ANDRADE, K. S.; PONCELET, D.; FERREIRA, S. R. S. Sustainable extraction and encapsulation of pink pepper oil. **Journal of Food Engineering**, v. 204, p. 38 – 45, 2017.
- AOAC. **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 15. ed. Arlington, VA: Association of Official Analytical Chemists, 1990.
- ASBAHANI, A. El; MILADI, K.; BADRI, W.; SALA, M.; ADDI, E. H. A.; CASABIANCA, H.; MOUSADIK, A. El; HARTMANN, D.; JILALE, A.; RENAUD, F. N. R.; ELAISSARI, A. Essential oils: From extraction to encapsulation. **International Journal of Pharmaceutics**, v. 483, n. 1–2, p. 220 – 243, 2015.
- ASCHERI, D. P. R.; ASCHERI, J. L. R.; CARVALHO, C. W. P. De. Caracterização da farinha de bagaço de jabuticaba e propriedades funcionais dos extrusados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 4, p. 897 – 905, 2006.

ASENSIO, C. M.; PAREDES, A. J.; MARTIN, M. P.; ALLEMANDI, D. A.; NEPOTE, V.; GROSSO, N. R. Antioxidant Stability Study of Oregano Essential Oil Microcapsules Prepared by Spray drying. **Journal of Food Science**, v. 82, n. 12, p. 2864 – 2872, 2017.

AZEREDO, H. M. C. D. **Encapsulação: Aplicação à tecnologia de Alimentos**. Alimentos e Nutrição, v. 16, n. 1, p. 89 - 97, 2005.

BAKRY, A. M.; ABBAS, S.; ALI, B.; MAJEED, H.; ABOUELWAFI, M. Y.; MOUSA, A.; LIANG, L. Microencapsulation of oils: a comprehensive review of benefits, techniques, and applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 15, n. 1, p. 143-182, 2015.

BALLESTEROS, J. L.; TACCHINI, M.; SPAGNOLETTI, A.; GRANDINI, A.; PAGANETTO, G.; NERI, L. M.; MARENGO, A.; ANGIOLELLA, L.; GUERRINI, A.; SACCHETTI, G. Rediscovering medicinal Amazonian aromatic plants: Piper carpunya (Piperaceae) essential oil as paradigmatic study. **Evidence-based Complementary and Alternative Medicine**, v. 2019, 2019.

BARBOSA, M. I. M. J.; BORSARELLI, C. D.; MERCADANTE, A. Z. Light stability of spray-dried bixin encapsulated with different edible polysaccharide preparations. **Food Research International**, v. 38, n. 8–9, p. 989 – 994, 2005.

BECK-BROICHSITTER, M.; RUPPERT, C.; SCHMEHL, T.; GUENTHER, A.; BETZ, T.; BAKOWSKY, U.; SEEGER, W.; KISSEL, T.; GESSLER, T. Biophysical investigation of pulmonary surfactant surface properties upon contact with polymeric nanoparticles in vitro. **Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine**, v. 7, n. 3, p. 341 - 350, 2011.

BEHR, A.; JOHNEN, L. Myrcene as a natural base chemical in sustainable chemistry: A critical review. **ChemSusChem**, v. 2, n. 12, p. 1072 – 1095, 2009.

BENDAOUD, H.; ROMDHANE, M.; SOUCHARD, J. P.; CAZAUX, S.; BOUJILA, J. Chemical Composition and Anticancer and Antioxidant Activities of Schinus Molle L. and Schinus Terebinthifolius Raddi Berries Essential Oils. **Journal of Food Science**, v. 75, n. 6, 2010.

BÖRJESSON, E.; INNINGS, F.; TRÄGÅRDH, C.; BERGENSTÅHL, B.; PAULSSON, M. The dissolution behavior of individual powder particles. **Dairy Science & Technology**, v. 93, n. 4–5, p. 357–371, 2013.

BRASIL. Ministério da Saúde. **Doenças transmitidas por alimentos: causas, sintomas, tratamento e prevenção**. Brasília, DF. Disponível em: <http://www.saude.gov.br/saude-de-a-z/doencas-transmitidas-por-alimentos>. Acesso em: 07 de Dez de 2019.

BRUNAUER, S.; DEMING, L. S.; DEMING, W. E.; TELLER, E. On a Theory of the van der Waals Adsorption of Gases. **Journal of the American Chemical Society**, v. 62, n. 7, p. 1723–1732, 1940.

BURGOS-DÍAZ, C.; HERNÁNDEZ, X.; WANDERSLEBEN, T.; BARAHONA, T.;

MEDINA, C.; QUIROZ, A.; RUBILAR, M. Influence of multilayer O/W emulsions stabilized by proteins from a novel lupin variety AluProt-CGNA and ionic polysaccharides on D-limonene retention during spray drying. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 536, p. 234 – 241, 2018.

BUCKINGHAM, J. **Dictionary of Natural Products**, v. 10, Chapman & Hall/CRC, England, 1996.

CAI, Y. Z., & CORKE, H. Production and properties of spray-dried *Amaranthus betacyanin* pigments. **Journal of Food Science**, v. 65, n. 7, p. 1248 – 1252, 2000.

CAIRO, P. L. G.; GOIS, F. D.; SBARDELLA, M.; SILVEIRA, H.; OLIVEIRA, R. M.; ALLAMAN, I. B.; CANTARELLI, V. S.; COSTA, L. B. Effects of dietary supplementation of red pepper (*Schinus terebinthifolius* Raddi) essential oil on performance, small intestinal morphology and microbial counts of weanling pigs. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 98, p. 541-548, 2018.

CALO, J. R.; CRANDALL, P. G.; O'BRYAN, C. A.; RICKE, S. C. Essential oils as antimicrobials in food systems - A review. **Food Control**, v. 54, p. 111 – 119, 2015.

CALVA-ESTRADA, S. J.; MENDOZA, M. R.; GARCÍA, O.; JIMÉNEZ-FERNÁNDEZ, V. M.; JIMÉNEZ, M. Microencapsulation of vanilla (*Vanilla planifolia* Andrews) and powder characterization. **Powder Technology**, v. 323, p. 416 – 423, 2018.

CAMPELO-FELIX, P. H.; SOUZA, H. J. B.; FIGUEIREDO, J. D. A.; DE BARROS FERNANDES, R. V.; BOTREL, D. A.; DE OLIVEIRA, C. R.; YOSHIDA, M. I.; BORGES, S. V. Prebiotic carbohydrates: Effect on reconstitution, storage, release, and antioxidant properties of lime essential oil microparticles. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, n. 2, p. 445 – 453, 2017.

CAMPELO, P. H.; SANCHES, E. A.; FERNANDES, R. V. de B.; BOTREL, D. A.; BORGES, S. V. Stability of lime essential oil microparticles produced with protein-carbohydrate blends. **Food Research International**, v. 105, p. 936–944, 2018.

CANO-CHAUCA, M., STRINGHETA, P.C., RAMOS, A.M., CAL-VIDAL, J. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray dry-ing and its functional characterization. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 6, p. 420 – 428, 2005.

CASTRO-ROSAS, J.; FERREIRA-GROSSO, C. R.; GÓMEZ-ALDAPA, C. A.; RANGEL-VARGAS, E.; RODRÍGUEZ-MARÍN, M. L.; GUZMÁN-ORTIZ, F. A.; FALFAN-CORTES, R. N. Recent advances in microencapsulation of natural sources of antimicrobial compounds used in food - A review. **Food Research International**, v. 102, p. 575 – 587, 2017.

CHANG, C.; VARANKOVICH, N.; NICKERSON, M. T. Microencapsulation of canola oil by lentil protein isolate-based wall materials. **Food Chemistry**, v. 212, p. 264–273, 2016.

CLARKE, S. Chapter 3 - families of compounds that occur in essential oils. **Essential Chemistry for Aromatherapy**, 2^a Ed., Churchill Livingstone, Edinburgh, p. 41-77, 2008.

COMUNIAN, T. A.; FAVARO-TRINDADE, C. S. Microencapsulation using biopolymers as an alternative to produce food enhanced with phytosterols and omega-3 fatty acids: A review. **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 442 - 457, 2016.

COSTA, R.; MOGGRIDGE, G. D.; SARAIVA, P. M. Chemical product engineering: An emerging paradigm within chemical engineering. **Aiche Journal**, v. 52, n. 6, p. 1976 - 1986, 2006.

DAMODARAN S. Food proteins: an overview. In: DAMODARAN, S.; PARAFA, A. (Ed.). **Food proteins and their applications**. New York: Marcel Dekker, Inc. 1997. 250 p.

DANNENBERG, G.; FUNCK, G. D.; MATTEI, F. J.; DA SILVA, W. P.; FIORENTINI, Â. M. Antimicrobial and antioxidant activity of essential oil from pink pepper tree (*Schinus terebinthifolius* Raddi) in vitro and in cheese experimentally contaminated with *Listeria monocytogenes*. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 36, p. 120 – 127, 2016.

DANNENBERG, G. da S.; FUNCK, G. D.; CRUXEN, C. E. dos S.; MARQUES, J. de L.; SILVA, W. P. Da; FIORENTINI, Â. M. Essential oil from pink pepper as an antimicrobial component in cellulose acetate film: Potential for application as active packaging for sliced cheese. **LWT - Food Science and Technology**, v. 81, p. 314–318, 2017.

DANNENBERG, G. da S.; FUNCK, G. D.; SILVA, W. P. Da; FIORENTINI, Â. M. Essential oil from pink pepper (*Schinus terebinthifolius* Raddi): Chemical composition, antibacterial activity and mechanism of action. **Food Control**, v. 95, n. April 2018, p. 115–120, 2019.

DESAI, K. G. H.; JIN, H. P. Recent Developments in Microencapsulation of Food Ingredients. **Drying Technology**, v. 23, n. 7, p. 1361-1394, 2005.

DICKINSON, E. Hydrocolloids as emulsifiers and emulsion stabilizers. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 23, n. 6, p. 1473–1482, 2009.

DICKINSON, E. **Introduction to Food Colloids**; Oxford Science Publishers: Oxford, Inglaterra, p.216, 1992

DOS SANTOS CAVALCANTI, A.; ALVES, M. de S.; DA SILVA, L. C. P.; PATROCÍNIO, D. D. S.; SANCHES, M. N.; CHAVES, D. S. de A.; DE SOUZA, M. A. A. Volatiles composition and extraction kinetics from *Schinus terebinthifolius* and *Schinus molle* leaves and fruit. **Revista Brasileira de Farmacognosia**, v. 25, n. 4, p. 356–362, 2015.

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

E. TSAMI, G. K. VAGENAS, D. M.-K. Moisture Sorption Isotherms of Pectins. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 16, n. 3, p. 151 – 161, 1992.

- EL-TINAY, A. H., & ISMAIL, I. A. Effect of some additives and processes on the characteristics of agglomerated and granulated spray-dried Roselle powder. **Acta Alimentaria Hungaricae**, v. 14, p. 283–295, 1985.
- EVANS, M.; RATCLIFFE, I.; WILLIAMS, P. A. Emulsion stabilisation using polysaccharide-protein complexes. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 18, n. 4, p. 272–282, 2013.
- FAVARO-TRINDADE, C. S.; SANTANA, A. S.; MONTERREY-QUINTERO, E. S.; TRINDADE, M. A.; NETTO, F. M. The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 4, p. 336 – 340, 2010.
- FENNEMA, O. R.; , PARKIN, S. D. K. **Fennema's Food Chemistry**. 4. ed. Bosa Roca, United States: Taylor & Francis Inc, 2007.
- FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Influence of spray drying operating conditions on microencapsulated rosemary essential oil properties. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 33, p. 171–178, 2013.
- FERNANDES, R. V de B.; MARQUES, G. R.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A. Effect of solids content and oil load on the microencapsulation process of rosemary essential oil. **Industrial Crops and Products**, v. 58, p. 173–181, 2014.
- FIORAMONTI, S. A.; STEPANIC, E. M.; TIBALDO, A. M.; PAVÓN, Y. L.; SANTIAGO, L. G. Spray dried flaxseed oil powdered microcapsules obtained using milk whey proteins-alginate double layer emulsions. **Food Research International**, v. 119, n. September 2018, p. 931–940, 2019.
- FITZPATRICK, J. J.; IQBAL, T.; DELANEY, C.; TWOMEY, T.; KEOGH, M. K. Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powders with different fat contents. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 4, p. 435 – 444, 2004.
- FREITAS, M. L. F.; ALBANO, K. M.; TELIS, V. R. N. Characterization of biopolymers and soy protein isolate-high-methoxyl pectin complex. **Polímeros**, v. 27, n. 1, p. 62–67, 2017.
- GALET, L.; VU, T. O.; OULAHNA, D.; FAGES, J. The wetting behaviour and dispersion rate of cocoa powder in water. **Food and Bioproducts Processing**, v. 82, n. December, p. 298–303, 2004.
- GARCIA-SOTELO, D.; SILVA-ESPINOZA, B.; PEREZ-TELLO, M.; OLIVAS, I.; ALVAREZ-PARRILLA, E.; GONZÁLEZ-AGUILAR, G. A.; AYALA-ZAVALA, J. F. Antimicrobial activity and thermal stability of rosemary essential oil:β-cyclodextrin capsules applied in tomato juice. **LWT - Food Science and Technology**, v. 111, n. April, p. 837–845, 2019.
- GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; BENEY, L.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Properties of spray-dried food flavours microencapsulated with two-layered membranes: Roles of interfacial interactions and water. **Food Chemistry**, v. 132, n. 4, p. 1713–1720, 2012.

GHARSALLAOUI, A.; ROUDAUT, G.; CHAMBIN, O.; VOILLEY, A.; SAUREL, R. Applications of spray drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9, p. 1107–1121, 2007.

GRANDVIEW-RESEARCH. **Essential Oil Market Analysis By Product (Orange, Corn Mint, Eucalyptus, Citronella, Peppermint, Lemon, Clove Leaf, Lime, Spearmint), By Application (Medical, Food & Beverage, Spa & Relaxation, Cleaning & Home) And Segment Forecasts To 2025**. Grand View Research, San Francisco, EUA, Fevereiro de 2019. Disponível em: <https://www.grandviewresearch.com/press-release/global-essential-oil-market>. Acesso em: 15 de Abril de 2019.

GOIS, F. D.; SBARDELLA, M.; LIMA, C. B.; MIGOTTO, D. L.; CAIRO, P. G.; GARBOSSA, C. A. P.; RACANICCI, A. M. C.; COSTA, L. B. Dietary Brazilian red pepper essential oil on pork meat quality and lipid oxidation. **Ciência Rural**, v. 47, n. 2, p. 1 – 7, 2017.

GONZÁLEZ, A.; MARTÍNEZ, M. L.; PAREDES, A. J.; LEÓN, A. E.; RIBOTTA, P. D. Study of the preparation process and variation of wall components in chia (*Salvia hispanica* L.) oil microencapsulation. **Powder Technology**, v. 301, p. 868–875, 2016.

HLA, P.; HOGEKAMP, S. Wetting behaviour of instantized cocoa beverage powders. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 34, n. 4, p. 335–342, 2003.

HYLDGAARD, M.; MYGIND, T.; MEYER, R. L. Essential oils in food preservation: Mode of action, synergies, and interactions with food matrix components. **Frontiers in Microbiology**, v. 3, n. JAN, p. 1–24, 2012.

J. Y. CHEN M. PIVA T. P. LABUZA. Evaluation of Water Binding Capacity (WBC) of Food Fiber Sources. **Journal of Food Science**, v. 49, n. 1, p. 59 – 63, 1984.

JAFARI, S. M.; ASSADPOOR, E.; HE, Y.; BHANDARI, B. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. **Drying Technology**, v. 26, n. 7, p. 816 – 835, 2008.

JAFARI, S. M.; HE, Y.; BHANDARI, B. Optimization of nano-emulsions production by microfluidization. **European Food Research and Technology**, v. 225, n. 5–6, p. 733–741, 2007

JAFARI, S. M.; HE, Y.; BHANDARI, B. Encapsulation of Nanoparticles of d-Limonene by Spray Drying: Role of Emulsifiers and Emulsifying Techniques. **Drying Technology**, v. 25, n. 6, p. 1069–1079, 2007. b.

JAMES F. STEFFE. **Rheological Methods on Food Process Engineering**. East Lansing, MI. USA: Freeman Press, 1996.

JARAMILLO, D. P.; ROBERTS, R. F.; COUPLAND, J. N. Effect of pH on the properties of soy protein-pectin complexes. **Food Research International**, v. 44, n. 4, p. 911–916, 2011.

JAYASUNDERA, M.; ADHIKARI, B.; HOWES, T.; ALDRED, P. Surface protein coverage and its implications on spray drying of model sugar-rich foods: Solubility, powder production and characterisation. **Food Chemistry**, v. 128, n. 4, p. 1003–1016, 2011.

JINAPONG, N.; SUPHANTHARIKA, M.; JAMNONG, P. Production of instant soymilk powders by ultrafiltration, spray drying and fluidized bed agglomeration. **Journal of Food Engineering**, v. 84, n. 2, p. 194–205, 2008.

JUAREZ-ENRIQUEZ, E.; OLIVAS, G. I.; ORTEGA-RIVAS, E.; ZAMUDIO-FLORES, P. B.; PEREZ-VEGA, S. Water activity , not moisture content , explains the influence of water on powder flowability. **LWT - Food Science and Technology**, v. 100, n. August 2018, p. 35–39, 2019.

KACI, M.; ARAB-TEHRANY, E.; DESJARDINS, I.; BANON-DESOBRY, S.; DESOBRY, S. Emulsifier free emulsion: Comparative study between a new high frequency ultrasound process and standard emulsification processes. **Journal of Food Engineering**, v. 196, p. 109–118, 2017.

KHALIL, W.; ABDOU, R.; SALEH, S. Toxicological and biochemical studies on Schinus terebinthifolius concerning its curative and hepatoprotective effects against carbon tetrachloride-induced liver injury. **Pharmacognosy Magazine**, v. 11, n. 42, p. 93, 2015.

KOÇ, G. Ç.; DIRIM, S. N. Spray dried spinach juice: powder properties. **Journal of Food Measurement and Characterization**, v. 12, n. 3, p. 1654–1668, 2018.

KRAKER, J. W.; FRANSSEN, M. C. R.; DE GROOT, A.; KÖNIG, W. A.; BOUWMEESTER, H. J. (+)-Germacrene A biosynthesis - The committed step in the biosynthesis of bitter sesquiterpene lactones in chicory. **Plant Physiology**, v. 117, n. 4, p. 1381–1392, 1998.

KROKIDA, M. K.; MAROULIS, Z. B. Effect of drying method on shrinkage and porosity. **Drying Technology**, v. 15, n. 10, p. 2441–2458, 1997.

KUCK, L. S.; NOREÑA, C. P. Z. Microencapsulation of grape (Vitis labrusca var. Bordo) skin phenolic extract using gum Arabic, polydextrose, and partially hydrolyzed guar gum as encapsulating agents. **Food Chemistry**, v. 194, p. 569–576, 2016.

KUHN, K.R.; PICONE, C.S.F.; CUNHA, R.L. **Food Gels**. In: Biopolymer Engineering in Food Processing, TELIS, V.R.N., Ed.; CRC Press: New York, US., p. 111–144. 398 p., 2012.

LAKKIS, J. M. **Confectionary products as delivery systems for flavor, health and oral-care actives**. In: LAKKIS, J. M. Encapsulation and Controlled Release. Technologies in Food Systems. Blackwell Publishing, 2007. Cap. 8. p. 171–200.

LAM, M.; SHEN, R.; PAULSEN, P.; CORREDIG, M. Pectin stabilization of soy protein isolates at low pH. **Food Research International**, v. 40, n. 1, p. 101–110, 2007.

LAZGHAB, M.; SALEH, K.; PEZRON, I.; GUIGON, P.; KOMUNJER, L. Wettability assessment of finely divided solids. **Powder Technology**, v. 157, p. 79–91, 2005.

LOPES, N. A.; BARRETO PINILLA, C. M.; BRANDELLI, A. Antimicrobial activity of lysozyme-nisin co-encapsulated in liposomes coated with polysaccharides. **Food Hydrocolloids**, v. 93, p. 1–9, 2019.

LORENZI, H., MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil**. 2. ed. São Paulo: Nova Odessa, Instituto Plantarum, 2008.

LUQUE DE CASTRO, M. D.; JIMÉNEZ-CARMONA, M. M.; FERNÁNDEZ-PÉREZ, V. Towards more rational techniques for the isolation of valuable essential oils from plants. **TrAC - Trends in Analytical Chemistry**, v. 18, n. 11, p. 708–716, 1999.

MARESCA, D.; DE PRISCO, A.; LA STORIA, A.; CIRILLO, T.; ESPOSITO, F.; MAURIELLO, G. Microencapsulation of nisin in alginate beads by vibrating technology: Preliminary investigation. **LWT - Food Science and Technology**, v. 66, p. 436–443, 2016.

MÁRQUEZ-GÓMEZ, M.; GALICIA-GARCÍA, T.; MÁRQUEZ-MELÉNDEZ, R.; RUIZ-GUTIÉRREZ, M.; QUINTERO-RAMOS, A. Spray-dried microencapsulation of orange essential oil using modified rice starch as wall material. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 42, n. 2, 2018.

MARTINS, M. R.; ARANTES, S. CANDEIAS, F.; TINOCO, M. T.; CRUZ-MORAIS, J. Antioxidant, antimicrobial and toxicological properties of *Schinus molle* L. essential oils. **Journal of Ethnopharmacology**, v. 151, p. 485–492, 2014.

MARTINS, P.; SBAITE, P.; BENITES, C.; MACIEL, M. Thermal characterization of orange, lemongrass, and basil essential oils. **Chemical Engineering Transactions**, v. 24, p. 463–468, 2011.

MASSARO SOUSA, L.; FERREIRA, M. C. Spent coffee grounds as a renewable source of energy: An analysis of bulk powder flowability. **Particuology**, v. 43, p. 92–100, 2019.

MELO-ESPINOSA, E. A.; SÁNCHEZ-BORROTO, Y.; ERRASTI, M.; PILOTO-RODRÍGUEZ, R.; SIERENS, R.; ROGER-RIBA, J.; CHRISTOPHER-HANSEN, A. Surface tension prediction of vegetable oils using artificial neural networks and multiple linear regression. **Energy Procedia**, v. 57, p. 886–895, 2014.

MOSER, P.; NICOLLETI, V. R.; BRUECKNER-GUEHMANN, M.; DRUSCH, S. Microencapsulation of buriti oil using chickpea protein-pectin and oxidative stability. In: XXII Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 2018, **Anais..** São Paulo, 2018.

MOSER, P.; SOUZA, R. T. De; NICOLETTI TELIS, V. R. Spray Drying of Grape Juice From Hybrid CV. BRS Violeta: Microencapsulation of Anthocyanins Using Protein/Maltodextrin Blends as Drying Aids. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 41, n. 1, 2017.

NOCCHI, S. R.; MOURA-COSTA, G. F.; NOVELLO, C. R.; RODRIGUES, J.; LONGHINI, R.; MELLO, J. C. P.; FILHO, B. P. D.; NAKAMURA, C. V.; UEDA-NAKAMURA, T. *In vitro* cytotoxicity and anti-herpes simplex virus type 1 activity of hydroethanolic extract, fractions, and isolated compounds from stem bark of *Schinus terebinthifolius* Raddi. **Pharmacognosy Magazine**, v. 12, n. 46, p. 160 – 164, 2017.

PEREIRA, E. M. R.; GOMES, R. T.; FREIRE, N. R.; AGUIAR, E. G.; BRANDÃO, M. G. L.; SANTOS, V. R. In vitro Antimicrobial Activity of Brazilian Medicinal Plant Extracts against Pathogenic Microorganisms of Interest to Dentistry. **Planta Medica**, v. 77, p. 401-404, 2011.

PEREIRA SOUZA, A. C.; DEYSE GURAK, P.; DAMASCENO FERREIRA MARCZAK, L. Maltodextrin, pectin and soy protein isolate as carrier agents in the encapsulation of anthocyanins-rich extract from jaboticaba pomace. **Food and Bioproducts Processing**, v. 102, p. 186–194, 2017.

POURASHOURI, P.; SHABANPOUR, B.; RAZAVI, S. H.; JAFARI, S. M.; SHABANI, A.; AUBOURG, S. P. Impact of Wall Materials on Physicochemical Properties of Microencapsulated Fish Oil by Spray Drying. **Food and Bioprocess Technology**, v. 7, n. 8, p. 2354–2365, 2014.

QUIRIJNS, E. J.; VAN BOXTEL, A. J.; VAN LOON, W. K.; VAN STRATEN, G. Sorption isotherms, GAB parameters and isosteric heat of sorption. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, n. 11, p. 1805–1814, 2005.

RAMAKRISHNAN, Y.; ADZAHAN, N. M.; YUSOF, Y. A.; MUHAMMAD, K. Effect of wall materials on the spray drying efficiency, powder properties and stability of bioactive compounds in tamarillo juice microencapsulation. **Powder Technology**, v. 328, p. 406–414, 2018.

RÉ, M. I. Microcapsulation by spray drying. **Drying Technology**, v. 16, n. 6, p. 1195–1236, 1998.

ROCHA, J. de C. G.; DE BARROS, F. A. R.; PERRONE, Í. T.; VIANA, K. W. C.; TAVARES, G. M.; STEPHANI, R.; STRINGHETA, P. C. Microencapsulation by atomization of the mixture of phenolic extracts. **Powder Technology**, v. 343, p. 317–325, 2019.

ROMANI, V. P.; HERNÁNDEZ, C. P.; MARTINS, V. G. Pink pepper phenolic compounds incorporation in starch/protein blends and its potential to inhibit apple browning. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 15, n. February 2017, p. 151–158, 2018.

SANTANA, A. A.; OLIVEIRA, R. A. De; PINEDO, A. A.; KUROSZAWA, L. E.; PARK, K. J. Microencapsulation of babassu coconut milk. **Food Science and Technology**, v. 33, n. 4, p. 737–744, 2013.

SARAMAGO, J. **Todos os nomes**. 2. ed. São Paulo: Companhia das Letras, 2017.

SERFERT, Y.; SCHRÖDER, J.; MESCHER, A.; LAACKMANN, J.; SHAIKH, M. Q.; RÄTZKE, K.; GAUKEL, V.; SCHUCHMANN, H. P.; WALZEL, P.; MORITZ, H.-U.; DRUSCH, S.; SCHWARZ, K. Characterization of the spray drying behaviour of emulsions containing oil droplets with a structured interface. **Journal of Microencapsulation**, v. 30, n. 4, p. 325–334, 2013.

SERENIKI, A.; LINARD-MEDEIROS, C. F. B.; SILVA, S. N.; SILVA, J. B. R.; SOBRINHO, T. J. S. P.; SILVA, J. R.; ALVES, L. D. S.; SMAILI, S. S.; WANDERLEY, A. G.; LAFAYETTE, S. S. L. Schinus terebinthifolius administration prevented behavioral and

biochemical alterations in a rotenone model of Parkinson's disease. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**, v. 26, p. 240-245, 2016.

SHAH, R. B.; TAWAKKUL, M. A.; KHAN, M. A. Comparative Evaluation of Flow for Pharmaceutical Powders and Granules. **AAPS PharmSciTech**, v. 9, n. 1, p. 250–258, 2008.

SILVA, M. T.; BORGES, L. L.; FIUZA, T. de S.; TRESVENZOL, L. M. F.; DA CONCEIÇÃO, E. C.; BATISTA, C. R.; MATOS, C. B.; DA VEIGA JÚNIOR, V. F.; MOURÃO, R. H. V.; FERRI, P. H.; DE PAULA, J. R. Viscosity of the Oil-resins and Chemical Composition of the Essential Oils from Oils-resins of *Copaifera multijuga* Hayne Growing in the National Forest Saracá-Taquera Brazil. **Journal of Essential Oil-Bearing Plants**, v. 20, n. 5, p. 1226–1234, 2017.

SIGRIST, S. R. Aroeira. **Plantas medicinais**, São Paulo, 18 nov. 2014. Disponível em: <http://ci-67.ciagri.usp.br/pm/ver_1pl.asp?f_cod=13>. Acesso em: 24 de Fevereiro de 2018.

SINGH, M.; MOHAMED, A. Influence of gluten-soy protein blends on the quality of reduced carbohydrates cookies. **LWT - Food Science and Technology**, v. 40, n. 2, p. 353–360, 2007.

SINGH, P.; KUMAR, R.; SABAPATHY, S. N.; BAWA, A. S. Functional and Edible Uses of Soy Protein Products. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 7, n. 1, p. 14–28, 2008.

SOUZA, H. J. B.; DE OLIVEIRA, C. R.; FERNANDES, R. V. de B.; BORGES, S. V.; DA SILVA, Y. F.; SILVA, E. K.; DO CARMO, E. L.; BOTREL, D. A.; YOSHIDA, M. I. Study of ultrasound-assisted emulsions on microencapsulation of ginger essential oil by spray drying. **Industrial Crops and Products**, v. 94, p. 413–423, 2016.

SUAVE, J.; DALL'AGNOL, E. C. ; PEZZIN, A. P. T. ; SILVA, D. A. K. ;MEIER, M. M. ; SOLDI, V. Microencapsulação: Inovação em diferentes áreas. **Revista Saúde e Ambiente**, 2006.

SUN, X.; CAMERON, R. G.; BAI, J. Microencapsulation and antimicrobial activity of carvacrol in a pectin-alginate matrix. **Food Hydrocolloids**, v. 92, n. December 2018, p. 69–73, 2019.

SVOBODA, K. P.; GREENAWAY, R. I. Investigation of volatile oil glands of *Satureja hortensis* L. (summer savory) and phytochemical comparison of different varieties. **The International Journal of Aromatherapy**, v. 13, n. 4, p. 196-202, 2003.

SZULC, K.; LENART, A. Effect of composition on physical properties of food powders. **International Agrophysics**, v. 30, n. 2, p. 237–243, 2016.

TAK, J. H.; ISMAN, M. B. Enhanced cuticular penetration as the mechanism for synergy of insecticidal constituents of rosemary essential oil in *Trichoplusia ni*. **Scientific Reports**, v. 5, n. April, p. 1–10, 2015.

TEODORO, R. A. R.; DE BARROS FERNANDES, R. V.; BOTREL, D. A.; BORGES, S. V.;

DE SOUZA, A. U. Characterization of Microencapsulated Rosemary Essential Oil and Its Antimicrobial Effect on Fresh Dough. **Food Bioprocess Technology**, v. 7, n. 9, p. 2560–2569, 2014.

TEODORO, R. A. R.; DO CARMO, E. L.; BORGES, S. V.; BOTREL, D. A.; MARQUES, G. R.; CAMPELO-FELIX, P. H.; SILVA, E. K.; FERNANDES, R. V. de B. Effects of ultrasonication on the characteristics of emulsions and microparticles containing Indian clove essential oil. **Drying Technology**, v. 37, n. 9, p. 1162–1172, 2018.

TIMILSENA, Y. P.; ADHIKARI, R.; BARROW, C. J.; ADHIKARI, B. Microencapsulation of chia seed oil using chia seed protein isolate-chia seed gum complex coacervates. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 91, p. 347–357, 2016.

TIVERON, A. P. **Atividade antioxidante e composição fenólica de legumes e verduras consumidos no Brasil**. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2010. doi:10.11606/D.11.2010.tde-20102010-101541. Acesso em: 2019-12-29.

VALIMAA, A.; TILSALA-TIMISJARVI, A.; VIRTANEN, E. Rapid detection and identification methods for *Listeria monocytogenes* in the food chain – A review. **Food Control**, 55, 103–114, 2015.

VEIGA, R. D. S. Da; APARECIDA DA SILVA-BUZANELLO, R.; CORSO, M. P.; CANAN, C. Essential oils microencapsulated obtained by spray drying: a review. **Journal of Essential Oil Research**, v. 00, n. 00, p. 1–17, 2019.

VÉLEZ-ERAZO, E. M.; CONSOLI, L.; HUBINGER, M. D. Mono and double-layer emulsions of chia oil produced with ultrasound mediation. **Food and Bioproducts Processing**, v. 112, p. 108–118, 2018.

VORAGEN, A. G. J.; COENEN, G.-J.; VERHOEF, R. P.; SCHOLS, H. A. Pectin, a versatile polysaccharide present in plant cell walls. **Structural Chemistry**, v. 20, n. 2, p. 263–275, 2009.

XIAO, D.; DAVIDSON, P. M.; ZHONG, Q. Spray-Dried Zein Capsules with Coencapsulated Nisin and Thymol as Antimicrobial Delivery System for Enhanced Antilisterial Properties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, n. 13, p. 7393–7404, 2011.

WALSTRA, P. **Physical Chemistry of Foods**. Marcel Dekker Inc., New York, 2003.

WANG, J.; OUSSAMA KHELISSE, S.; CHIHIB, N. E.; DUMAS, E.; GHARSALLAOUI, A. Effect of drying and interfacial membrane composition on the antimicrobial activity of emulsified citral. **Food Chemistry**, v. 298, n. December 2018, p. 1–7, 2019.

WU, Y.; ZOU, L.; MAO, J.; HUANG, J.; LIU, S. Stability and encapsulation efficiency of sulforaphane microencapsulated by spray drying. **Carbohydrate Polymers**, v. 102, n. 1, p. 497–503, 2014.