



## INCORPORAÇÃO DE VITAMINA E MICROENCAPSULADA POR *SPRAY CHILLING* EM BISCOITOS

Mirella de Abreu **Stein**<sup>1</sup>; Marta Gomes da **Silva**<sup>2</sup>; Cristiane Rodrigues **Gomes Ruffi**<sup>3</sup>; Izabela Dutra  
**Alvim**<sup>4</sup>

Nº14250

**RESUMO** - *A indústria alimentícia vem buscando alternativas para desenvolver produtos nutricionalmente melhorados, tentando atender consumidores cada vez mais conscientes do impacto da alimentação na saúde. A microencapsulação pode auxiliar nesse contexto, permitindo a proteção e veiculação de substâncias funcionais em alimentos processados. Neste trabalho foram produzidas micropartículas lipídicas sólidas (MPLS) contendo tocoferol (vitamina E) pelo método spray chilling. As partículas foram incorporadas em biscoitos, com o objetivo de transformá-los em um tipo de alimento que não apenas carregasse macronutrientes, mas que também pudesse transportar em sua estrutura, micronutrientes importantes para a saúde. As micropartículas apresentaram eficiência de encapsulação (EE) de 86,3%, diâmetro médio de 43,3 µm, índice span indicando alta polidispersidade com morfologia característica. A incorporação das micropartículas contendo tocoferol nos biscoitos foi bem sucedida sem alteração aparente entre biscoitos contendo tocoferol livre (TO-L) e aqueles com tocoferol microencapsulado (TO-M). Os índices de expansão para ambas as amostras de biscoitos foram similares e a dureza dos biscoitos contendo TO-M diminuiu do tempo inicial para o final de armazenamento (120 dias) já para os biscoitos contendo TO-L a textura não se alterou. As atividades de água foram baixas e variaram para biscoitos TO-M e não para TO-L. O teor de tocoferol nos biscoitos TO-M reduziu ao longo do tempo o mesmo não ocorrendo para aqueles com TO-L podendo ser decorrente da presença de resíduos de íons metálicos no material de parede. Com ajustes na formulação de parede as MPLS contendo tocoferol podem ser um bom veículo para esse nutriente em biscoitos.*

**Palavras-chaves:** microencapsulação, micropartículas lipídicas sólidas, *spray chilling*, tocoferol, biscoito.

1 Autor, Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Ciência de Alimentos, ESALq, Piracicaba-SP; mirellastein@gmail.com

2 Colaborador, Pesquisadora Científica do Centro de Ciência e Qualidade de Alimentos, ITAL, Campinas-SP; martags@ital.sp.gov.br

3 Colaborador, Pesquisadora Científica do Centro de Tecnologia de Cereais e Chocolates, ITAL, Campinas-SP; cris@ital.sp.gov.br

4 Orientador: Pesquisadora Científica do Centro de Tecnologia de Cereais e Chocolates, ITAL, Campinas-SP; izabela@ital.sp.gov.br



**ABSTRACT-** *The food industry has been looking for alternatives to develop nutritionally improved products, trying to please consumers growing aware of the impact of food on health. Microencapsulation can help this context enabling the protection and delivery of functional substances in processed foods. In this work, solid lipid microparticles (MPLS) containing tocopherol (vitamin E) by spray chilling method were produced. The particles were incorporated into cookies aiming to turn them into a type of food that not only would contain macronutrients, but could also carry in their structure, healthy micronutrients. The microparticles showed the encapsulation efficiency (EE) of 86.3%, average diameter of 43.3  $\mu\text{m}$ , span index indicating high polydispersity and characteristic morphology. The incorporation of microparticles containing tocopherol in cookies was successful with no apparent change between biscuits containing free tocopherol (TO-L) and those with microencapsulated tocopherol (TO-M). The expansion indexes for both samples of biscuits were similar and the texture of biscuits containing TO-M decreased from the initial time to the end of storage (120 days), for cookies containing TO-L no change of texture was observed. The water activities were low and varied for cookies with TO-M but not for TO-L. The content of tocopherol in cookies TO-M decreased over time unlike those with TO-L, this may be due to the presence of residues of metal ions in the wall material. With adjustments to the formulation of the MPLS containing tocopherol may be possible to turn them a good vehicle for this nutrient in cookies.*

**Key-words:** *microencapsulation, solid lipid microparticles, spray chilling, tocopherol, cookie.*

## **1 INTRODUÇÃO**

No setor alimentício observa-se que o consumidor atualmente percebe o alimento não apenas como um fornecedor de nutrientes, mas também como um agregador de saúde e bem estar. A indústria de alimentos vem sendo desafiada constantemente a desenvolver produtos que atendam os diversos segmentos de consumidores cada vez mais atentos ao impacto da alimentação em suas vidas. Dentro das tecnologias disponíveis para agregar propriedades especiais a alimentos, encontra-se a microencapsulação.

A aplicação de micropartículas em alimentos iniciou-se motivada pela possibilidade do controle de aspectos físicos e sensoriais de substâncias de interesse (GOUIN, 2004). O processo tem a capacidade de reduzir as interações da substância de interesse com o ambiente, retardando alterações que poderiam resultar em perdas de aroma, valores nutricionais ou ainda alterações na coloração original do produto, caso na formulação deste as substâncias fossem adicionadas em



**8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2014**  
**12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo**

suas formas livres. Outros objetivos da microencapsulação consistem em reduzir a taxa de migração do material do núcleo para o ambiente externo, evitar reações prematuras de um substrato, mascarar compostos de sabor indesejável, promover melhor solubilidade do núcleo e melhor incorporação em sistemas secos (DEYPERE, 2003).

A microencapsulação é uma tecnologia que tem como princípio a formação de uma barreira (parede) ao redor de uma substância de interesse (ativo) para controlar a forma como essa substância interage com o meio ao qual será inserida. As formas de criação dessa barreira podem ser muito diferentes e terão impacto direto na interação ativo-meio (ALVIM et al., 2013). Neste projeto o método utilizado foi o *spray chilling*, que vem sendo usado alternativamente a outros processos por apresentar vantagem como condições brandas de processo, boa retenção de componentes voláteis e possibilidades de produção em larga escala.

Também conhecido por *spray cooling* ou *spray congealling*, o método inicia-se com a homogeneização da solução que será atomizada. Essa mistura consiste de um ativo disperso ou dissolvido no lipídio fundido, que caracteriza o material de parede utilizado. A mistura é atomizada em uma câmara com a temperatura inferior à de amolecimento do material de parede e, por fim, as micropartículas produzidas são resfriadas e coletadas (PASSERINI et al, 2009).

A substância de interesse utilizada neste projeto foi o tocoferol, conjunto de compostos lipossolúveis que apresentam atividades biológicas diversas, sendo que o  $\alpha$ -tocoferol apresenta maior atividade como antioxidante e vitamina E (JACQUES, 2012).

A ingestão de tocoferol pode auxiliar na prevenção de muitas doenças, como hipertensão, diabetes tipo 2, câncer e Alzheimer. Porém, a população ingere menos dessa substância do que o recomendado, e a adição desse bioativo em alimentos vem tentar amenizar esse problema (PIERUCCI et al, 2007). A aplicação do tocoferol em alimentos é bastante limitada devido à alta hidrofobicidade e instabilidade perante oxigênio e raios UV, e a microencapsulação desse composto pode protegê-lo desses fatores.

Biscoitos foram utilizados como produto modelo de baixa atividade de água para a aplicação do tocoferol livre e microencapsulado, e o trabalho objetivou além da produção dos mesmos, a quantificação dos ativos e testes de estabilidade dos biscoitos durante armazenamento de 4 meses.



## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

**Parede:** gordura vegetal hidrogenada (Pro Multi 38, Bunge) e ácido esteárico (Synth), **Ativo:** tocoferol (DSM). **Biscoitos:** Farinha de trigo (Renata), amido de milho (Fleischmann), açúcar impalpável (Mais Doce), açúcar invertido (Dulcini, ~ 65 de inversão), gordura vegetal hidrogenada (Pro Multi 38 Bunge), lecitina de soja (Solay), fermento (Dr. Oetker), sal (Cisne), água.

### 2.2 Produção de micropartículas contendo tocoferol por *spray chilling*

A forma de preparo das amostras pelo processo de *spray chilling* e as condições de operação do equipamento Mini Spray Dryer B290 são apresentadas na Tabela 1.

**Tabela 1.** Fluxograma de preparo de amostras e produção das micropartículas de tocoferol e condições de processamento das micropartículas no Equipamento Buchi-290 na conformação *spray chiller*.

| Fluxograma de produção*  | Condições de operação*  |
|--|---|
| <p>Gordura vegetal hidrogenada + Ácido esteárico<br/>(1:1 p/p, 70 °C)</p> <p>↓ + Tocoferol<br/>Homogeneização<br/>(bastão de vidro)</p> <p>Mistura final (p/p)<br/>20% de tocoferol (ativo)<br/>80% da mistura lipídica (parede)</p> <p>↓ Microencapsulação por<br/><i>spray chilling</i> (condições<br/>de formação – Tabela 1)</p> <p>Micropartículas contendo tocoferol</p> <p>↓</p> <p>Caracterização e estabilidade</p> | <ul style="list-style-type: none"><li>• Temperatura de entrada: <math>5 \pm 2^\circ\text{C}</math></li><li>• Vazão: 12 mL/min</li><li>• Temperatura de saída: <math>15 \pm 2^\circ\text{C}</math></li><li>• Pressão de ar: 50 mbar,;</li><li>• Aspiração: 60 % da potência do aspirador;</li><li>• Vazão de ar: 500 L/h</li><li>• Bico atomizador: 0,7 mm</li></ul> |

\* Baseado em Alvim et al, 2013.

### 2.3 Quantificação do tocoferol e determinação da eficiência de encapsulação (EE)

A determinação da quantidade de tocoferol livre, microencapsulado e presente nos biscoitos foi feita por HPLC, segundo Brubacheret al (1985). A EE foi calculada considerando-se a quantidade de ativo antes e após o processo de encapsulação (ALVIMet al, 2013).



#### **2.4 Determinação de diâmetro médio, distribuição de tamanho de partículas e morfologia**

O diâmetro médio e a distribuição de tamanho da micropartículas foram determinados por espalhamento de luz, segundo Matos Junior (2013). A visualização da morfologia das amostras de micropartículas lipídicas foi realizada através de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura adaptado de Alvim et al, 2013.

#### **2.5 Produção dos biscoitos contendo TO-L ou TO-M**

Os biscoitos utilizados para incorporação do tocoferol livre (B TO-L) ou microencapsulado (B TO-M) foram do tipo moldado-doce produzidos utilizando batedeiras KitchenAid, mesa laminadora, cortador circular manual de alumínio, forno elétrico e ingredientes. O TO-L (1,2 g), foi incorporado junto a gordura e o TO-M (6 g), adicionado aos ingredientes secos. O procedimento utilizado se iniciou com a mistura da gordura, do açúcar e da lecitina de soja na batedeira KitchenAid em velocidade 2 por 2 minutos. Continuou-se a mistura por mais 1 minuto na velocidade 4, 1 minuto na velocidade 8 e mais 1 minuto na velocidade 10. A adição dos ingredientes secos (previamente misturados) foi feita na velocidade 2 para formar uma “farofa”. A adição da água foi feita lentamente em 50 segundos na velocidade 1. Em todas as etapas raspou as paredes e fundo da cuba da batedeira. A massa pronta foi acomodada na mesa laminadora, tendo sua espessura ajustada com o rolo da própria mesa. Em seguida, cortaram-se os biscoitos com mesa elétrica para corte de barras de cereais, seguido de corte adicional manual. Os biscoitos cortados foram acomodados em formas perfuradas e assados em forno elétrico por 7 minutos a 170 °C, seguido de resfriamento à temperatura ambiente por 40 minutos. Ao final, os biscoitos foram armazenados em embalagens metálicas flexíveis e mantidos em temperatura ambiente durante 120 dias.

#### **2.6 Caracterização dos biscoitos e estabilidade**

Logo após a produção dos biscoitos os mesmos foram caracterizados quanto ao teor de tocoferol presente (item 2.2), atividade de água ( $A_w$ , medidas diretamente - AQUA LAB modelo CX-2T), índice de expansão (I. exp. – vol. após /vol. antes do assamento, PIZZINATTO, 1993) e textura instrumental (Texturômetro Stable Micro Systems TextureAnalyser TAXT2i, probe 3-Point bendingRig - HDP/3PB, plataforma HDP/90). Essas mesmas análises foram repetidas a cada trinta dias por um período de 120 dias para acompanhamento da estabilidade.

#### **2.7 Análise estatística**

Comparação de médias por Teste de Tukey ( $p \leq 0,05$  – software STATISTIC)

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Produção e caracterização das micropartículas

As micropartículas contendo Tocoferol foram produzidas com sucesso e suas principais características estão apresentadas na Tabela 2. A eficiência de encapsulação para o tocoferol foi considerada satisfatória e dentro de valores esperados, similares aos observados em outros trabalhos de encapsulação de compostos hidrofóbicos por *spray chilling* (ALVIM et al, 2013).

**Tabela 2.** Caracterização das micropartículas contendo tocoferol produzidas por *spray chilling*.

| Caracterização das micropartículas             |                              |
|--|------------------------------|
| <p>Eficiência de encapsulação<br/>86,3 (%)</p> | <p>Morfologia</p> <p>A B</p> |
| <p>Diâmetro médio<br/>45,3 µm</p>              |                              |
| <p>Span<br/>1,37</p>                           |                              |

O diâmetro médio das micropartículas foi característico de produto obtidos em atomizadores duplo fluido do tipo utilizado sendo um pouco superior aos observados por Alvim et al. (2013), Leonel et al (2010), Chambi et al, 2008, O valor do índice span indicou alta polidispersidade da amostra que pode ser observada também nas imagens A e B da Tabela 2. As micropartículas obtidas por *spray chilling* apresentaram estruturas de formato esférico típico (Tabela 2 -imagens A e B) e aspectos similares foram observados por Alvim et al, 2013 e Chambi et al, 2008.

#### 3.2 Produção, caracterização e estabilidade dos biscoitos contendo o TO-L ou o TO-M

A incorporação de TO-L ou TO-M nos biscoitos foi bem sucedida sem alteração da aparência entre os mesmos. A Tabela 3 apresenta os resultados da caracterização dos biscoitos logo após a produção (T0) e ao final do tempo de estocagem (T120). Os resultados intermediários das avaliações não são apresentados. Os índices de expansão dos biscoitos B TO-L ou B TO-M foram muito parecidos sem diferenças estatísticas ( $p > 0,05$ ). Os valores de  $A_w$  para o B TO-L apresentaram valores similares sem diferença estatística ( $p > 0,05$ ) ao longo do tempo (120 dias) enquanto que para o B TO-M o valor de  $A_w$  reduziu significativamente ( $p \leq 0,05$ ), ainda assim todos



**8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2014**  
**12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo**

os valores de  $A_w$  foram inferiores a 0,600, o que garante a segurança microbiológica desses produtos.

A textura instrumental não alterou para os biscoitos B TO-L ao longo do tempo ( $p > 0,05$ ). Já para os biscoitos B TO-M os valores de textura foram maiores inicialmente e reduziram significativamente ( $p \leq 0,05$ ) indicando que os biscoitos ficaram mais macios ao longo do tempo. O aumento do  $A_w$  e perda de textura em biscoitos são comuns com o passar do tempo, no entanto a adição de algumas substâncias podem reduzir esses efeitos. O tocoferol é considerado um potente antioxidante natural e sua presença na forma livre na estrutura do biscoito poderia exercer influências não específicas e na forma microencapsulada, graças à barreira de proteção formada, esses efeitos não foram percebidos. Essa hipótese precisa de mais estudos para sua confirmação.

**Tabela 3.** Caracterização e estabilidade dos biscoitos adicionados de TO-L ou TO-M.

| Biscoito | Tempo(dias) | I. exp.             | $A_w$              | Textura(kgf/cm <sup>2</sup> ) | Estabilidade |
|----------|-------------|---------------------|--------------------|-------------------------------|--------------|
| B TO-L   | 0           | 1,86<br>a<br>(0,09) | 0,332 a<br>(0,025) | 2,97a (0,51)                  |              |
|          | 120         | ND*                 | 0,354 a<br>(0,002) | 2,98a (0,52)                  |              |
| B TO-M   | 0           | 1,81<br>a<br>(0,18) | 0,391a(0,002)      | 4,33a(1,29)                   |              |
|          | 120         | ND*                 | 0,312<br>b(0,010)  | 2,37b (0,90)                  |              |

\* O índice de expansão dos biscoitos foi determinado apenas após a produção, equivalente ao T0.

Quanto ao teor de tocoferol presente no biscoito no T0 e após 120 dias observou-se que no caso dos biscoitos B TO-M o teor reduziu significativamente ( $p \leq 0,05$ ) após esse período enquanto que para o B TO-L isso não foi observado ( $p > 0,05$ ). Esse resultado não era esperado pois o material protegido na microencapsulação deveria estar mais preservado. Uma hipótese para isso é a de que o ácido esteárico utilizado como material de parede não era purificado e continha em sua composição alguns resíduos de íons metálicos com poder oxidante que pode ter promovido a oxidação do tocoferol ao longo do tempo. Nesse caso fica evidente que a escolha dos materiais de parede influencia também na manutenção da atividade do ativo.



#### 4 CONCLUSÕES

As micropartículas lipídicas sólidas foram obtidas com sucesso pelo método de *spray chilling* e apresentaram eficiência de encapsulação, diâmetro médio, polidispersidade e morfologia características. A incorporação das micropartículas contendo tocoferol livre ou microencapsulado nos biscoitos foi bem sucedida sem alteração da aparência entre as amostras. Quanto às características de textura e  $A_w$  observou-se uma diferença de comportamento entre os biscoitos contendo TO-L e TO-M com valores estáveis para o primeiro e variáveis para o segundo ao longo do tempo de armazenamento (120 dias), indicando o possível efeito de barreira da matriz lipídica. O teor de tocoferol nos biscoitos B TO-M reduziu ao longo do tempo o mesmo não ocorrendo para aqueles com B TO-L podendo ser decorrente da presença de resíduos de íons metálicos no material de parede. Com ajustes na formulação de parede as MPLS contendo tocoferol podem ser um bom veículo para esse nutriente em biscoitos.

#### 5 AGRADECIMENTOS

Ao CEREAL CHOCOTEC (ITAL), pela oportunidade do estágio e a FAPESP pela concessão de auxílio ao projeto (09/10724-0) e da bolsa (13/02407-0).

#### 6 REFERÊNCIAS

- ALVIM, D. I.; SOUZA, F. S.; KOURY, I. P.; JURTT, T. T.; DANTAS, F. B. H. Use of the spray chilling method to deliver hydrophobic components: physical characterization of microparticles. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 33, supl.1, p. 34-39, 2013.
- BRUBACHER, G.; MÜLLER-MULOT, W.; SOUTHGATE, D. A. T. **Methods for the determination of vitamins in food** – recommended by COST 91. New York: Elsevier, p.97-106, 1985.
- CHAMBI, H. N. M., ALVIM, I. D., BARRERA-ARELLANO, D., GROSSO, C. R. F. Solid lipid microparticles containing water-soluble compounds of different molecular mass: Production, characterisation and release profiles. **Food Research International**, v. 41, p. 229–236, 2008.
- DEPYPERE, F. et al. Food powder microencapsulation: principles, problems and opportunities. **Appl. Biotechnol. Food Sci. Pol.**, v.1, n.2, p.75-94, 2003.
- GOUIN, S. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science & Technology**, v. 15, n. 7–8, p. 330–347, 2004.
- JACQUES, A. C. **Amora-preta (Rubus fruticosus): Compostos bioativos e voláteis**. Tese (Doutorado). 2012. Universidade Federal de Pelotas, RS.
- LEONEL, A. J., CHAMBI, H. N. M., BARRERA-ARELLANO, D., PASTORE, H. O., GROSSO, C. R. F. Production and characterization of lipid microparticles produced by spray cooling encapsulating a low molar mass hydrophilic compound. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.30, n.1, p. 276-281, 2010.
- MATOS JUNIOR F. E. Desenvolvimento, caracterização e aplicação de microcápsulas de ácido ascórbico obtidas por *spray chilling*. Dissertação (Mestrado). Universidade de São Paulo – Pirassununga, 2013.





**8º Congresso Interinstitucional de Iniciação Científica – CIIC2014**  
**12 a 14 de agosto de 2014 – Campinas, São Paulo**

PASSERINI, N.; GAVINI, E.; ALBERTINI, B.; RASSU, G.; DISABATINO, M.; SANNA, V.; GIUNCHEDI, P.; RODRIGUEZ, L.. Evaluation of solid lipid microparticles produced by spray congealing for topical application of econazolenitrate. **Journal of Pharmacy and Pharmacology**, v. 61, p. 559-567, 2009.

PIERUCCI, A. P. T. R.; ANDRADE, L. R.; FARINA, M.; PEDROSA, C.; ROCHA-LEÃO, M. H.. Comparison of alpha-tocopherol microparticles produced with different wall materials: pea protein a new interesting alternative. **Journal of Microencapsulation**, v. 24, n. 3, p. 201-213, 2007,

PIZZINATTO, A., MAGNO, C.P.R.S.; CAMPAGNOLLI, D.M.F., VITTI, P.; LEITÃO, R.F.F. Avaliação tecnológica de produtos derivados de farinha de trigo (Pão, Macarrão, Biscoito). Campinas: Instituto de Tecnologia de Alimentos, 41-54p., 1993.