

MICROENCAPSULAÇÃO DE ÓLEO ESSENCIAL DE LARANJA: SELEÇÃO DE MATERIAL DE PAREDE¹

Diego P. R. ASCHERI^{2,*}, Márcia O. M. MARQUEZ³, Enny T. MARTUCCI³

RESUMO

No presente trabalho se procedeu à comparação de agentes microencapsulantes, material de parede (mp), na microencapsulação de óleo essencial de laranja (material ativo) através da secagem por atomização. Foram preparadas três amostras de emulsões pela adição de óleo essencial de laranja a uma solução aquosa do mp composta de capsul (5,0, 0,0 e 10,0%), goma arábica (5,0, 10,0 e 0,0%) sendo constante para as três amostras maltodextrina (36,0%), água (44,0%) e óleo essencial (10,0%). Foram avaliadas as curvas de secagem das emulsões frente à retenção do óleo essencial de laranja e a tendência de formação de dobras superficiais das partículas e verificou-se a hipótese “menor a tendência de formação de dobras na superfície das microcápsulas maior a retenção de material ativo”. A microencapsulação foi obtida pela secagem por atomização, com temperaturas de 220°C e 110°C do ar de entrada e de saída da câmara de secagem, respectivamente, e com atomizador rotativo (20.000rpm). A comparação das microcápsulas obtidas a partir das três amostras de emulsões mostrou que aquela preparada com 10,0% de capsul e 0,0% de goma arábica apresentou o maior resultado. O período de taxa constante de secagem desta mistura é curto e com maior retenção de umidade após a secagem. As microcápsulas obtidas apresentaram maior retenção de óleo essencial e dobras superficiais menos pronunciadas decorrentes do menor entumescimento das gotículas durante a secagem.

Palavras-chave: microencapsulação; microcápsulas; óleo essencial; secagem por atomização.

SUMMARY

MICROENCAPSULATION OF ORANGE ESSENTIAL OIL: WALL MATERIAL SELECTION. The present work is an experimental development to study the performance of the encapsulation agents for orange essential oil in a spray drying process. The emulsion to be dried was prepared by adding the oil to an aqueous solution of the wall material. Three different cases were studied having respectively capsul (5.0%, 0.0% and 10.0%) and arabic gum (5.0%, 10.0% and 0.0%) with 36.0% maltodextrin, 44.0% water and 10.0% essential oil. Retention of active material (essential oil) was the key to evaluate drying curves and microcapsules structural surface. The spray drying process used 220°C and 110°C for inlet and exit air temperature at the drying chamber, respectively while rotation of atomizer was 20.000 rpm. Best results were for microcapsules obtained from the emulsion with 10.0% capsul and 0.0% arabic gum. The drying at constant rate is short with higher moisture. These microcapsules showed higher essential oil retention and less folds at surface due to lower drop swelling effect during drying.

Keywords: microencapsulation; microcapsules; essential oil; spray drying; wall material.

1 – INTRODUÇÃO

O óleo essencial de laranja (material ativo) constituiu-se de compostos aromatizantes quimicamente instáveis. Estes compostos aromatizantes se oxidam facilmente na presença do ar, luz e umidade [5, 18] e os compostos resultantes dessa oxidação contribuem para a rancificação dos produtos elaborados com o óleo essencial de laranja.

O óleo essencial tem sido objeto de estudo há muitos anos e sua proteção frente a mecanismos de oxidação sempre foi desejada. A microencapsulação de óleo essencial de laranja através da secagem por atomização tem levado a numerosas pesquisas onde foram estudadas as condições do processo e a natureza da composição do material microencapsulante, comumente chamado de material de parede, e a influência destes na retenção do material ativo [4, 5, 6, 16].

A teoria de retenção do material ativo explica que este volatiliza pouco durante a secagem, se o material de parede forma rapidamente um filme semipermeável em torno das gotículas das emulsões atomizadas, de modo a permitir a difusividade da água enquanto retém o material ativo [8, 9, 12, 15].

Se este filme semipermeável forma microcápsulas isentas de qualquer deformação superficial, maior será a efetividade do material de parede na retenção do material ativo, então, a avaliação dos componentes do material de parede depende da concentração da mistura e dos parâmetros do processo que influenciam na formação da estrutura superficial das microcápsulas, pois, um material de parede é adequado quando o produto final é constituído de microcápsulas íntegras, isto é, o material ativo ficará completamente envolvido e protegido do ambiente pelo material de parede. Como citam ROSENBERG & YOUNG [17] a funcionalidade das microcápsulas é criticamente dependente da sua estrutura superficial.

O presente trabalho comparou o desempenho de materiais de parede na microencapsulação de óleo essencial de laranja através da secagem por atomização utilizando três emulsões contendo capsul, maltodextrina e goma arábica, em diferentes concentrações. A adequação destes componentes foi avaliada através das curvas

¹ Recebido para publicação em 05/01/1999. Aceito para publicação em 18/08/2003 (000278).

² Unidade Universitária de Ciências Exatas e Tecnológicas da Universidade Estadual de Goiás (UEG). Br 153, km 03. Campus UEG. CEP: 75.110-390. Cx. Postal: 459. B. Arco Verde. Anápolis – GO. ascheridpr@uol.com.br.

³ Departamento de Engenharia de Alimentos/FEA/DEA/UNICAMP. Cx. Postal 6064 – UNICAMP 13083-970, SP.

* A quem a correspondência deve ser enviada.

de secagem das emulsões, da tendência de formação de dobras superficiais das partículas e verificou-se a hipótese “menor a tendência de formação de dobras na superfície das microcápsulas maior a retenção de material ativo”.

2 – MATERIAL E MÉTODOS

2.1 – Matéria-prima

Foi utilizado como material ativo óleo essencial de laranja pêsca 4/b43527 obtido por extração a frio. Com o óleo essencial de laranja foram preparadas emulsões com diferentes concentrações de componentes de material de parede segundo a *Tabela 1*. Os componentes de material de parede utilizados foram: goma arábica em pó (pura), maltodextrina (MOR-REX 1920), com DE 20, e capsul 4/b08106. O material ativo e os componentes de material de parede foram fornecidos pela DRAGOCO PERFUMES E AROMAS Ltda. De Sorocaba (SP).

TABELA 1. Composição das emulsões de óleo essencial de laranja.

Componentes	Emulsões (%)		
	E ₁	E ₂	E ₃
Goma arábica	5	10	0
Maltodextrina	36	36	36
Capsul	5	0	10
Óleo essencial	10	10	10
Água	44	44	44

2.2 – Secagem por atomização

As emulsões E₁, E₂ e E₃ foram submetidas a secagem usando o secador por atomizador Niro atomizer com velocidade do ar de secagem de 4,5m/s a 220 e 110°C de temperatura do ar na entrada e saída do atomizador, respectivamente. Usou-se um atomizador rotativo de 24 orifícios a 20.000rpm. A vazão de alimentação da emulsão foi de 0,005kg/s. Nestas condições de secagem obteve-se as amostras de microcápsulas M₁, M₂ e M₃, respectivamente.

2.3 – Curvas de secagem

Foram preparadas as emulsões E₁, E₂ e E₃ e levadas a secagem com o secador de lâmpada infravermelha METTLER, modelo LP11 à temperatura de 80 ± 1°C. O secador foi montado na balança analítica P160N. Aproximadamente um grama da amostra foi colocado num cesto de papel de alumínio (isento de umidade) de 1,5cm de lado por 1,0cm de fundo, previamente pesado e tarado, e levado a secagem por 240 minutos.

2.4 – Estrutura superficial das microcápsulas

A estrutura e diâmetro das microcápsulas foram observados ao microscópio eletrônico de varredura

(m.e.v.) utilizando o método de BUMA & HENSTRA [7]. As amostras utilizadas foram colocadas em dessecadores durante dois dias, metalizadas com ouro em alto vácuo, observadas e fotografadas com aceleração de 10kV.

As mudanças na estrutura superficial das partículas foram avaliadas matematicamente fazendo uso do parâmetro θ (eq. 1) e as eq. (2) a (4), apresentadas por ALEXANDER & KING[1].

$$\theta = \frac{v_d}{v_{esf}} = \frac{\left(-dR_g / dt \right)}{\sigma_g} \cdot \mu_g \quad (1)$$

onde:

v_d velocidade de formação de dobras representada pela taxa de encolhimento superficial (dR_g/dt), m/s;

v_{esf} velocidade de formação da esfericidade da gotícula representada pela tensão superficial (σ , N/m) e viscosidade (μ_g , Pa.s), m/s;

R_g raio da gotícula, m;

t tempo de secagem, s.

$$\theta \gg 1, \text{ maior tendência a formação de dobras} \quad (2)$$

$$\theta \ll 1, \text{ menor tendência a formação de dobras} \quad (3)$$

$$\frac{dR_g}{dt} = \frac{(\rho R_p)}{3} (1 + \rho X_g)^{-2/3} \left(\frac{dX_g}{dt} \right) \quad (4)$$

onde:

R_p raio da partícula (microcápsula) obtida após a secagem da gotícula, m;

dX_g/dt taxa de secagem da emulsão, (kg água/kg ms)/s;

X_g conteúdo de umidade da gotícula, kg água/kg ms.

2.5 – Análise qualitativa e quantitativa do material ativo

Foram determinados os constituintes químicos do óleo essencial de laranja através de análise qualitativa e quantitativa usando amostras da matéria-prima (padrão) e do material ativo retido após a secagem por atomização das diferentes emulsões preparadas. Foram feitas comparações entre os constituintes do material ativo retidos nas diferentes microcápsulas e o padrão também entre as microcápsulas.

O material ativo retido nas microcápsulas foi obtido submetendo 45g do pó a uma redistilação com 350mL de mistura de n-pentano com éter etílico, na proporção de 1:2 em volume, usando a técnica Soxhlet modificada [3] onde, ao lado do tubo do aparelho de Soxhlet, foi recolocada uma coluna contendo um béquer com o objetivo de prevenir o reciclo dos constituintes aromáticos. A extração foi realizada a 35°C por cerca de 6 horas. O destilado foi submetido à análise cromatográfica qualitativa e quantitativa segundo o método da AOCS [2].

A análise quantitativa foi realizada em cromatógrafo gasoso dotado de coluna capilar de sílica fundida, utilizando-se hidrogênio como gás de arraste (1,0mL/min), operando nas seguintes condições: injetor a 240°C, detector a 230°C e programa de temperatura de 50°C - 280°C; 4°C/min, sendo injetado 0,1µL de amostra e realizadas três repetições para cada amostra.

A análise qualitativa foi conduzida no cromatógrafo gasoso acoplado ao espectrofotômetro de massa, utilizando-se hélio como gás de arraste (1,0mL/min), a mesma coluna capilar e condições de operação anteriormente descritas. As amostras de óleo essencial foram diluídas em acetato de etila (1:3) e injetado 1,0µL de amostra. A identificação dos constituintes químicos das amostras de óleo essencial foi obtida por comparação dos seus espectros de massa com o banco de dados do sistema CG-EM e com os dados da literatura. No caso das substâncias não identificadas, a identidade entre as mesmas no óleo essencial padrão (matéria-prima) e nas três frações resultantes da extração do óleo essencial de laranja das diferentes microcápsulas estudadas (M_1 , M_2 e M_3) foi obtida através de análise comparativa de seus espectros de massa.

Na análise do óleo essencial padrão e fração da amostra M_3 , optou-se por desligar o detector no tempo de retenção do limoneno, intervalo entre 8,9 a 9,8 minutos, a fim de melhorar a visualização das substâncias com tempo de retenção maior, motivo pelo qual os cromatogramas resultantes apresentam um "vale" nesta região.

2.6 – Análise estatística

Para a análise estatística dos resultados foi utilizado o delineamento inteiramente ao acaso (DIC). Foi feita análise de variância (ANOVA) para observar a causa da variação nas médias dos dados experimentais. O teste de Tukey foi feito ao nível de 5%, com o objetivo de fazer as comparações das médias [13].

Os dados experimentais do período de taxa constante de secagem (PTCS) das diferentes emulsões foram submetidos a análise de regressão polinomial até terceiro grau segundo SNEDECOR & COCHRAN [19] e a melhor equação foi determinada segundo a significância do teste t para os parâmetros ao nível de 5%.

3 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 – Curvas de secagem

Na *Tabela 2* pode-se observar que o desvio padrão (DP) para E_1 aumenta em valor absoluto no decorrer da secagem, sugerindo que a determinação da umidade durante a desidratação foi dificultada pelo aumento da concentração de sólidos. Esse mesmo fato pode ser observado para valor de DP da emulsão E_3 , porém, após 40 minutos de secagem. Acredita-se que este fato seja devido ao capsul, pois este constituinte de material de parede tem a propriedade particular de formar crosta na superfície do material de secagem [10].

As curvas da *Figura 1* apresentam três períodos característicos de secagem: o período inicial de secagem, o período de taxa constante de secagem (PTCS) e o período de taxa decrescente de secagem (PTDS). No período inicial observa-se queda acentuada na taxa de secagem até atingir um patamar com valores de umidade de 0,469, 0,529 e 0,584kg ág/kg ms para as emulsões E_1 , E_2 e E_3 , respectivamente. O patamar representa o PTCS, o que foi verificado através da ANOVA aplicada para 25, 30 e 35 minutos de secagem das emulsões E_1 e E_3 e para 30, 35 e 40 minutos de secagem da emulsão E_2 , intervalos de tempo nos quais a diferença na variação da taxa de secagem não foi significativa, segundo o teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade (*Tabela 3*).

Segundo MENTING & HOOGSTAD [11] no PTCS ocorrem perdas pronunciadas dos componentes voláteis e é mister reduzir a diferença entre a umidade inicial e a umidade final (X_c) deste período para aumentar a capacidade do material de parede na microencapsulação do material ativo; quanto menor a diferença destas umidades maior a capacidade do material de parede na retenção do material ativo. Através desta suposição e pela *Tabela 3* observa-se que as diferenças de umidade entre os tempos da emulsão E_2 diferem entre si segundo o teste de Tukey ao nível de 1% de probabilidade. A diferença de umidade do PTCS da emulsão E_3 foi 25% menor do que da emulsão E_2 e 17% menor do que da emulsão E_1 e o comprimento do PTCS da emulsão E_1 foi 10% menor do que da emulsão E_2 . Estes resultados também mostram que aumentando a concentração de capsul e diminuindo a concentração de goma arábica na composição do material de parede aumenta a capacidade de microencapsulação do óleo essencial de laranja. Também, comprova-se isto devido ao fato que durante a secagem da emulsão E_3 , a constituição do material de parede apresentou maior retenção de umidade durante o primeiro período de secagem, umidade correspondente ao ponto crítico (X_c) da curva de secagem (*Tabela 3* e *Figura 1*).

3.2 – Estrutura superficial das microcápsulas

De modo geral, as fotografias apresentadas na *Figura 2(a, b e c)* mostram microcápsulas de superfície irregular, apresentando dobras, possivelmente devido ao desenvolvimento interno de vacúolos e dentes, depressões e fissuras externas. As microcápsulas mostradas na *Figura 2a* apresentaram maior variação nos seus diâmetros e superfície predominantemente irregular, característica de gotículas (partículas) que sofrem entumescimento após o processo de secagem. Entretanto, algumas destas microcápsulas, quando atingem conformação esférica, não apresentam depressões nem orifícios que caracterizem o inchamento da gotícula seguida de fissuras na crosta formada. Nas microcápsulas da *Figura 2b* observa-se a presença de entumescimentos, dobras superficiais e orifícios ou crateras possivelmente resultantes da formação de bolhas de vapor no interior das microcápsulas, durante

a secagem. Já, na *Figura 2c* observa-se microcápsulas entumescidas em menor grau e dobras mais leves na sua superfície, com formas mais definidas, globóides e compactas com a presença mínima de fissuras e orifícios.

TABELA 2. Variação da umidade (X) e da taxa de secagem (W_D) das emulsões E_1 , E_2 e E_3 durante a secagem com lâmpada infravermelha*.

Tempo de Secagem (min.)	X [(kg ág/kg ms) ± DP/10]			W_D (kg ág/m ² .s)		
	E_1	E_2	E_3	E_1	E_2	E_3
5	0,758 ± 0,036	0,904 ± 0,077	0,810 ± 0,091	1,65x10 ⁻³	1,29x10 ⁻³	1,40x10 ⁻³
10	0,648 ± 0,038	0,786 ± 0,097	0,719 ± 0,089	8,31x10 ⁻⁴	8,43x10 ⁻⁴	6,80x10 ⁻⁴
15	0,572 ± 0,039	0,701 ± 0,100	0,660 ± 0,079	5,71x10 ⁻⁴	6,06x10 ⁻⁴	4,35x10 ⁻⁴
20	0,510 ± 0,043	0,632 ± 0,103	0,618 ± 0,080	4,60x10 ⁻⁴	4,91x10 ⁻⁴	3,16x10 ⁻⁴
25	0,469 ± 0,043	0,574 ± 0,105	0,584 ± 0,080	3,10x10 ⁻⁴	4,13x10 ⁻⁴	2,56x10 ⁻⁴
30	0,428 ± 0,046	0,529 ± 0,105	0,549 ± 0,080	3,09x10 ⁻⁴	3,26x10 ⁻⁴	2,53x10 ⁻⁴
35	0,387 ± 0,046	0,483 ± 0,104	0,515 ± 0,078	3,10x10 ⁻⁴	3,26x10 ⁻⁴	2,54x10 ⁻⁴
40	0,351 ± 0,050	0,437 ± 0,103	0,486 ± 0,076	2,68x10 ⁻⁴	3,26x10 ⁻⁴	2,17x10 ⁻⁴
45	0,320 ± 0,051	0,403 ± 0,104	0,460 ± 0,078	2,33x10 ⁻⁴	2,41x10 ⁻⁴	1,92x10 ⁻⁴
50	0,292 ± 0,054	0,376 ± 0,103	0,438 ± 0,078	2,05x10 ⁻⁴	1,94x10 ⁻⁴	1,61x10 ⁻⁴
55	0,269 ± 0,054	0,355 ± 0,106	0,419 ± 0,079	1,74x10 ⁻⁴	1,50x10 ⁻⁴	1,42x10 ⁻⁴
60	0,249 ± 0,064	0,356 ± 0,105	0,403 ± 0,080	1,44x10 ⁻⁴	1,34x10 ⁻⁴	1,20x10 ⁻⁴
80	0,205 ± 0,080	0,272 ± 0,104	0,353 ± 0,081	1,12x10 ⁻⁴	1,04x10 ⁻⁴	1,09x10 ⁻⁴
100	0,169 ± 0,102	0,223 ± 0,104	0,303 ± 0,081	1,05x10 ⁻⁴	8,36x10 ⁻⁵	8,89x10 ⁻⁵
120	0,145 ± 0,133	0,183 ± 0,103	0,259 ± 0,082	8,78x10 ⁻⁵	5,93x10 ⁻⁵	8,15x10 ⁻⁵
140	0,123 ± 0,183	0,150 ± 0,104	0,222 ± 0,083	6,98x10 ⁻⁵	5,93x10 ⁻⁵	6,66x10 ⁻⁵
160	0,105 ± 0,217	0,122 ± 0,105	0,192 ± 0,084	6,03x10 ⁻⁵	4,44x10 ⁻⁵	5,19x10 ⁻⁵
180	0,090 ± 0,239	0,108 ± 0,104	0,169 ± 0,084	4,76x10 ⁻⁵	2,96x10 ⁻⁵	4,45x10 ⁻⁵
200	0,080 ± 0,244	0,095 ± 0,104	0,149 ± 0,085	4,23x10 ⁻⁵	2,96x10 ⁻⁵	3,70x10 ⁻⁵
220	0,069 ± 0,242	0,087 ± 0,104	0,137 ± 0,085	3,49x10 ⁻⁵	1,48x10 ⁻⁵	2,96x10 ⁻⁵
240	0,062 ± 0,240	0,082 ± 0,104	0,126 ± 0,085	2,75x10 ⁻⁵	7,41x10 ⁻⁶	2,21x10 ⁻⁵

* Valores médios de sete repetições.
DP = Desvio padrão

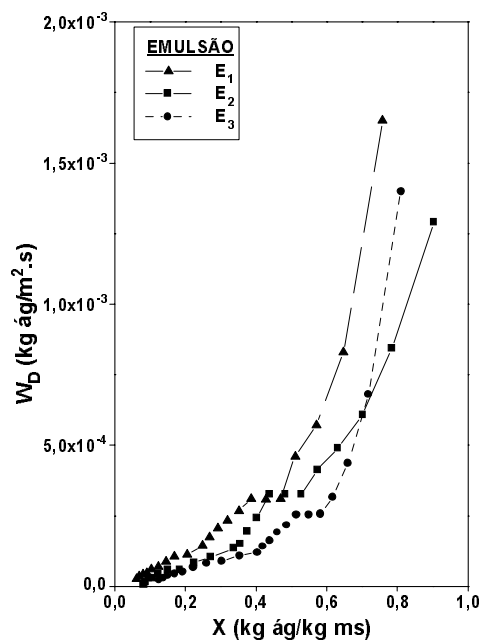


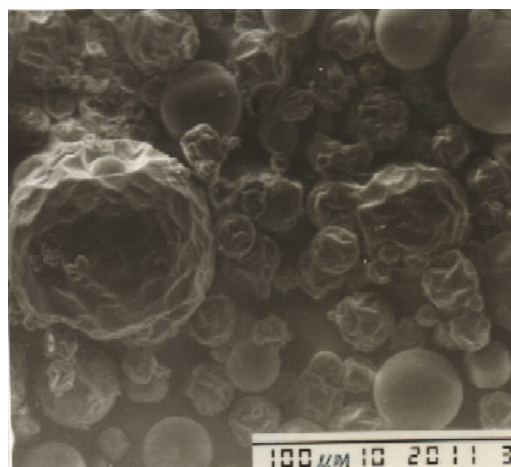
FIGURA 1. Curvas de secagem das emulsões de óleo essencial de laranja (E_1 , E_2 e E_3) obtidas através da secagem com lâmpada infravermelha.

A *Figura 3* mostra a variação do parâmetro θ no decorrer da secagem. Devido aos cálculos de aproximação dos parâmetros das equações envolvidas nos diferentes modelos matemáticos utilizados, o resultado deste parâmetro é usado somente para analisar a tendência da formação de dobras superficiais nas microcápsulas e a correlação deste parâmetro frente à retenção do óleo essencial de laranja. No entanto, várias estimativas importantes também podem ser observadas através da morfologia das microcápsulas.

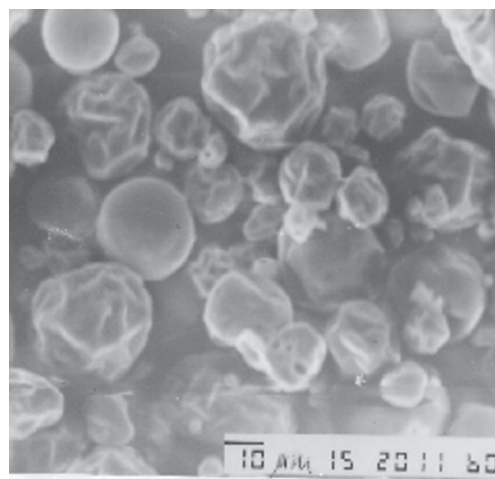
TABELA 3. Variação de umidade (X) e do período da taxa constante de secagem (PTCS) das emulsões E_1 , E_2 e E_3 durante a secagem com lâmpada infravermelha.

Tempo de secagem (min.)	X (kg ág/kg ms)			PTCS (kg ág/m ² .s)		
	E_1	E_2	E_3	E_1^*	E_2^*	E_3^*
25	0,4692	---	0,6530	3,103x10 ⁻⁴ a	---	2,561x10 ⁻⁴ a
30	0,4281	0,5285	0,6165	3,093x10 ⁻⁴ a	3,260x10 ⁻⁴ a	2,530x10 ⁻⁴ a
35	0,3868	0,4828	0,5808	3,111x10 ⁻⁴ a	3,258x10 ⁻⁴ a	2,540x10 ⁻⁴ a
40	---	0,4371	---	---	3,259x10 ⁻⁴ a	---
PTCS** Médio	---	---	---	3,102x10 ⁻⁴ B	3,259x10 ⁻⁴ C	2,543x10 ⁻⁴ A

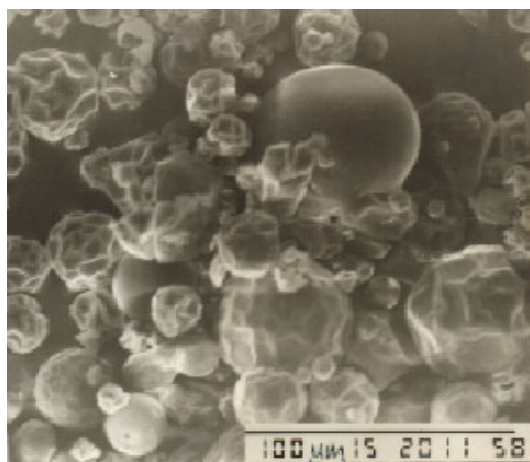
* Médias seguidas por letras minúsculas iguais nas colunas não diferem entre si ao nível de 5% pelo teste de Tukey.
** Médias seguidas por letras maiúsculas distintas na linha diferem entre si ao nível de 1% pelo teste de Tukey.



(a)



(b)



(c)

FIGURA 2. Microcápsulas mostradas em microscópio eletrônico de varredura. a) Amostras M_1 , b) amostra M_2 e c) amostra M_3 .

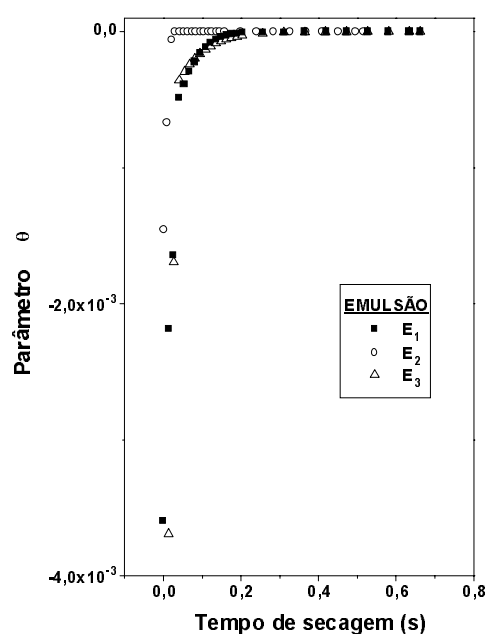


FIGURA 3. Variação do valor do parâmetro θ frente ao tempo de secagem das diferentes emulsões estudadas (E_1 , E_2 e E_3).

Primeiramente, θ aumenta no decorrer do processo de secagem, uma vez que a taxa de secagem (dX_g/dt) diminui muito mais do que o aumento no valor da viscosidade. Em segundo lugar, os valores de θ para M_2 , num determinado grau de secagem, são maiores do que dos valores para M_1 e M_3 . Isto sugere que para um determinado teor de umidade a baixa viscosidade da emulsão E_2 resultante da presença de solutos de baixo peso molecular impediu a rápida formação de crosta na superfície das microcápsulas formadas (Fig. 2b). De fato, valores de θ para M_1 e M_3 representam certa resistência à formação de dobras pela alta viscosidade que apresentam suas respectivas emulsões com polímeros de alto peso molecular resultando certa esfericidade nas

microcápsulas. Finalmente, a Figura 3 mostra que os valores de θ , para todas as emulsões, no início de secagem, são muito menores que a unidade mostrando desta maneira que as gotículas formadas durante a atomização são perfeitamente esféricas, e posteriormente, durante a desidratação das mesmas, vão perdendo a esfericidade. As gotículas da emulsão M_2 rapidamente perdem a sua esfericidade em comparação das da E_1 e E_3 , sugerindo que a presença de alta concentração da goma arábica, como constituinte do material de parede, aumenta a tendência de formação de dobras na superfície das microcápsulas.

Na Tabela 4 apresenta-se a percentagem relativa dos principais componentes voláteis microencapsulados, detectados através dos cromatogramas realizados, confirmando a perda do óleo essencial de laranja durante o processo de secagem por atomização. O percentual desta perda pode ser observado na Tabela 5. Estes valores foram calculados com base nos valores percentuais relativos dos componentes voláteis da amostra padrão. O limoneno foi o principal componente volátil que apresentou menor valor percentual de perda durante a secagem das três amostras (E_1 , E_2 e E_3). As percentagens de perda deste componente para as amostras E_1 e E_3 foram de 0,89 e 0,12%, respectivamente, enquanto que para a emulsão E_2 foi de 6,45%. O segundo componente volátil com menor valor percentual de perda foi o octanal + mirceno ocorrendo maior perda na emulsão E_2 (24,06%) seguida das emulsões E_1 e E_3 , com 16,68 e 13,47%, respectivamente. Ambos componentes são citados como os principais contribuintes do sabor do óleo essencial de laranja, enquanto que o limoneno tem sido citado como um dos principais precursores de compostos indesejáveis durante a deterioração do óleo essencial de laranja [14]. A preservação destes componentes indica a qualidade do óleo essencial de laranja microencapsulado.

TABELA 4. Percentagem relativa dos principais componentes aromatizantes do óleo essencial de laranja retidos nas microcápsulas das amostras M_1 , M_2 e M_3 .

Pico Nº	Componente volátil	Percentagem relativa (%)			
		Padrão	M_1	M_2	M_3
1	α - pineno	0,622	0,308	0,114	0,524
2	β - pineno	0,180	0,123	0,097	0,151
3	Octanal + Mirceno	2,020	1,683	1,534	1,748
4	Limoneno	94,509	93,667	88,418	94,396
7	Linalol	0,527	0,299	0,221	0,235
15	Decanal	0,248	0,240	0,148	0,196

Com respeito aos outros componentes voláteis identificados pode-se dizer, de forma geral, que o valor percentual de perda foi maior durante a formação das microcápsulas da amostra M_2 , seguido pela formação das microcápsulas da amostra M_1 e por último das microcápsulas da amostra M_3 .

Estes resultados de retenção de componentes voláteis durante a formação das diferentes microcápsulas evidenciam a eficácia de microencapsulação do material

de parede utilizado indicando que a formulação da emulsão E₃ tem maior eficácia na microencapsulação do óleo essencial de laranja, seguida da emulsão E₁.

TABELA 5. Valor percentual de perda dos principais componentes do material ativo após a secagem por atomização das emulsões E₁, E₂ e E₃.

Pico Nº	Componente volátil	Valor da perda (%)		
		E ₁	E ₂	E ₃
1	α - pineno	50,48	81,67	15,76
2	β - pineno	31,67	46,12	16,12
3	Octanal + Mirreno	16,68	24,06	13,47
4	Limoneno	0,89	6,45	0,12
7	Linalol	43,26	58,06	55,44
15	Decanal	3,23	40,32	20,97

4 – CONCLUSÕES

Verificou-se três períodos de secagem típicos durante a secagem das emulsões de óleo essencial de laranja: período inicial, constante e decrescente. Destaca-se o PTCS como o período responsável por perdas pronunciadas dos componentes voláteis, observando-se que as concentrações de capsul como componente de material de parede diminui o comprimento do PTCS mostrando maior retenção de umidade no produto final. A emulsão E₃ formou um produto com maior conteúdo de umidade após 4 horas de secagem, seguida pela emulsão E₁.

O parâmetro θ mostrou que quanto maior a concentração de capsul e menor a concentração de goma arábica, menor é a tendência de formação de dobras na superfície e maior a retenção do óleo essencial de laranja nas microcápsulas. A emulsão E₃ formou microcápsulas com menor grau de entumescimento e dobras mais leves na sua superfície conseguindo maior eficácia na microencapsulação do óleo essencial de laranja.

5 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALEXANDER, K; KING, C. J. Factors governing surface morphology of spray-dried amorphous substances. **Drying Technology**, v. 3, n. 3, p. 321-348. 1985.
- AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY (AOCS). **Official methods and recommended practices of the American Oil Chemists Society**, 3. ed. Virginia, 1988. v. 1-2.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of the association of official analytical chemists**. 4. ed. Virginia, 1984. 1094p.
- BANG, W. E.; REINECCIUS, G. A. Characterization of selected materials for lemon oil encapsulation by spray drying. **J. Food Science**, v. 55, n. 5, p. 1356-1358, 1990.
- BERTOLINI, A. C. **Estabilidade de óleo essencial de laranja, linalool e citral microencapsulados em goma arábica por atomização**. Campinas, 1999. 82p. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, (UNICAMP).
- BHANDARI, B. R.; DUMOULIN, E. D.; RICHARD, H. M. J.; NOLEAU, I.; LEBERT A. M. Flavor encapsulation by spray drying: application to citral and linalyl acetate. **J. Food Science**, v. 57, n. 1, p. 217-221. 1992.
- BUMA, T. J.; HENSTRA, S. Particle structure of spray drying products as observed by a scanning electron microscope. **Netherland Milk Dairy Journal**, v. 25, p. 75-78, 1971.
- FERNÁNDEZ, J. Y.; MONTOYA, J. A. S.; MARTÍNEZ, L. C.; HERNÁNDEZ, J. J.; ROBLES, M. M.; RAMÍREZ, E. G. R. Aplicaciones biotecnológicas de la microencapsulación. **Avance y Perspectiva**, México, v. 21, p. 313-319, sept./oct. 2002.
- KING, C. J. Spray drying retention of volatile compounds revisited. In: RUDOLPH, V.; KEEY, R. B. **Drying 94**, Serie Mujumdar, Proc. of the Int. Drying Symp, Australia. v. A, p. 15-26, Aug. 1-4. 1994.
- KING, W.; TRUBIANO, P.; PERRY, P. Modified starch encapsulating agents offer superior emulsification, film forming, and low surface oil. **Food Product Developments**, p. 54-57, 1976.
- MENTING, L. C.; HOOGSTAD, B. Volatiles retention during the drying of aqueous carbohydrates solutions. **J. Food Science**, v.32, n. 1, p. 87-90. 1967.
- PEDROZA-ISLAS, R. Alimentos microencapsulados: particularidades de los procesos para la microencapsulación de alimentos para larvas de especies acuícolas. In: CRUZ-SUÁREZ, L. E.; RICQUEMARIE, D.; TAPIA-SALAZAR, M.; GAXIOLA-CORTÉS, M. G.; SIMOES, N. **Avances en nutrición Acuicola VI. Memorias del VI Simposium Internacional de Nutrición Acuicola**. 3 al 6 de Septiembre del 2002. Cancún, Quintana Roo, México.
- PIMENTEL-GOMEZ, F.P. **Curso de Estatística Experimental**. 12. ed. São Paulo, ESALQ/USP, 1987. 467p.
- PINO, J. A. Los constituyentes volátiles de los zumos cítricos II. Resultados cualitativos y sensoriales. **Alimentaria**, v. 251, p. 33-43, 1994.
- RÉ, MARIA INÉS. Microencapsulação em busca de produtos inteligentes. **Ciência Hoje**, v. 27, n. 162, p. 25-29, jul. 2000.
- ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. Factors affecting retention in spray-drying microencapsulation of volatile materials. **J. Agric. Food Chem.**, Chicago, v. 38, n. 5, p. 1288-1294. 1990.
- ROSENBERG, M.; YOUNG, S. L. Whey proteins as microencapsulating agents. Microencapsulation of anhydrous milkfat-structure evaluation. **Food Structure**, Chicago, v. 12, n. 1, p. 31-41, 1993.
- SÁNCHEZ, R.; PINO, J.; RONCAL, E.; ROBERT, E. Desterpenización de aceite esencial de naranja por extracción con etanol diluido. **Alimentaria**, v. 31, n. 249, p. 59-61, 1994.
- SNEDECOR, G. W.; COCHRAN, W. G. **Statistical Methods**. 6. ed., Ames, Iowa State University, 1974. 593p.