



Caracterização físico-química e microscópica de microcápsulas de óleo de chia

Physicochemical and microscopic characterization of chia oil microcapsules

Maria Clara Costa Alves¹, Kaoana Daiana Heemann², Lidia Maria Louzada Mantovi³ Alex Sanches Torquato⁴, Rosana Aparecida da Silva-Buzanello⁵

RESUMO

O óleo de chia apresenta-se como fonte de ácidos graxos poli-insaturados que têm sido relacionados à benefícios potenciais à saúde. Contudo, sua baixa estabilidade frente a condições adversas limita sua aplicação. Assim, a microencapsulação apresenta-se como alternativa para proteção do óleo de chia, possibilitando sua aplicação industrial. Este trabalho teve como objetivo microencapsular óleo de chia em maltodextrina (MD) e isolado proteico de soro de leite (WPI) por *spray-drying*, avaliando suas propriedades físico-químicas e microscópicas. Uma suspensão contendo MD:WPI (razão 4:1) foi preparada para incorporação do óleo de chia, seguida de atomização em *spray-dryer*. As determinações de diâmetro médio, potencial *zeta*, atividade de água e análise de microscopia eletrônica de varredura foram realizadas. As microcápsulas exibiram diâmetro médio ($2,4 \pm 1,1 \mu\text{m}$) similar ao reportado na literatura. Um alto valor de potencial *zeta* ($+33 \pm 6 \text{ mV}$) foi obtido, indicando estabilidade das microcápsulas. A atividade de água das microcápsulas foi de $0,2089 \pm 0,040$, demonstrando que o processo de secagem foi eficiente. As microcápsulas exibiram morfologia esférica com rugosidades, aspectos característicos de materiais obtidos por *spray-drying*. Os resultados demonstraram que o processo de microencapsulação de óleo de chia em MD e WPI por *spray-drying* viabilizou a obtenção de microcápsulas estáveis.

PALAVRAS-CHAVE: diâmetro médio; microencapsulação; microscopia eletrônica de varredura; potencial *zeta*.

ABSTRACT

Chia oil is a source of polyunsaturated fatty acids that have been linked to potential health benefits. However, its low stability against adverse conditions limits its application. Thus, microencapsulation presents as an alternative for protecting chia oil, enabling its industrial application. This work aimed to microencapsulate chia oil in maltodextrin (MD) and whey protein isolate (WPI) by *spray-drying*, evaluating their physicochemical and microscopic properties. A suspension containing MD:WPI (ratio 4:1) was prepared for incorporation of chia oil, followed by atomization in a *spray-dryer*. Determinations of average size, zeta potential, water activity and scanning electron microscopy analysis were carried out. The microcapsules exhibited an average diameter ($2.4 \pm 1.1 \mu\text{m}$) similar to that reported in the literature. A high zeta potential value ($+33 \pm 6 \text{ mV}$) was obtained, indicating stability of the microcapsules. The water activity of the microcapsules was 0.2089 ± 0.040 , demonstrating that the drying process was efficient. The microcapsules exhibited spherical morphology with roughness, characteristic aspects of materials obtained by *spray-drying*. The results demonstrated that the

¹ Voluntária do Programa Institucional de Voluntariado em Iniciação Científica (PIVIC). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil. E-mail: mariaalves@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 9877307163238866.

² Discente do Curso Superior de Engenharia de Alimentos. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil. E-mail: kaoanaheemann1997@gmail.com. ID Lattes: 5756230513790496.

³ Bolsista CNPq do Programa Institucional de Iniciação Científica (PIBIC). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil. E-mail: lidiamantovi@alunos.utfpr.edu.br. ID Lattes: 8523236444897407.

⁴ Docente do Departamento Acadêmico de Química (DAQUI). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil. E-mail: torquato@utfpr.edu.br. ID Lattes: 2185751901073610.

⁵ Docente Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos (PPGTA). Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, Paraná, Brasil. E-mail: rbuzanello@utfpr.edu.br. ID Lattes: 7517982122450786.



microencapsulation process of chia oil in MD and WPI by spray-drying made it possible to obtain stable microcapsules.

KEYWORDS: average size; microencapsulation; scanning electron microscopy; zeta potential.

INTRODUÇÃO

As sementes de chia (*Salvia hispanica* L.) produzem óleo comestível fonte de ácidos graxos poli-insaturados, além de conter quantidades significativas de proteínas, fibras alimentares, minerais e compostos fenólicos. Com relação ao conteúdo de óleo, as sementes de chia contêm de 25 a 40%, sendo os ácidos graxos essenciais α -linolênico (ω 3) e linoleico (ω 6) os que representam seu maior conteúdo, cerca de 80%, o que caracteriza um óleo saudável do ponto de vista nutricional (ALCÂNTARA *et al.*, 2019; TIMILSENA *et al.*, 2017). A ingestão de ácido α -linolênico tem demonstrado efeitos potenciais à saúde, sendo relatada relação com prevenção de doenças crônicas não transmissíveis, tais como, hipertensão, diabetes, doenças cardiovasculares, artrite, dentre outras (FIRTIN *et al.*, 2020).

Apesar dos benefícios potenciais do óleo de chia, sua aplicação industrial acaba sendo limitada devido sua alta estabilidade oxidativa oriunda da riqueza de ácidos graxos poli-insaturados, podendo resultar na alteração sensorial e perda do valor nutricional (ALCÂNTARA *et al.*, 2019). Assim, a microencapsulação apresenta-se como alternativa para proteção destes ácidos graxos insaturados (IXTAINA *et al.*, 2015). Para este processo, muitas técnicas tem sido reportadas, contudo, a microencapsulação por *spray-drying* é amplamente utilizada pela indústria alimentícia, representando um método eficiente e de baixo custo para esta finalidade (GUO *et al.*, 2020).

Os agentes encapsulantes selecionados para a microencapsulação exercem influência significativa na eficiência do método de encapsulação. Dentre os materiais utilizados, as proteínas do soro de leite apresentam excelentes propriedades funcionais que permitem revestimento adequado na microencapsulação por *spray-drying* (GHARSALLAOUI *et al.*, 2007). As maltodextrinas também têm sido reportadas como agentes encapsulantes, exibindo alta solubilidade, alta concentração de sólidos, baixa viscosidade, acessibilidade de custo, além de que sua combinação com proteínas permite o aprimoramento das propriedades de secagem (AKBARBAGLU *et al.*, 2021).

Deste modo, este trabalho teve como objetivo obter microcápsulas de óleo de chia por *spray drying*, utilizando isolado proteico de soro de leite (WPI, *whey protein*) e maltodextrina (MD) como agentes encapsulantes, avaliando suas propriedades físico-químicas e microscópicas, como indicativos de sua estabilidade.

MATERIAL E MÉTODOS

MATERIAIS

O óleo de chia extra virgem prensado à frio (Pazze, Brasil) foi adquirido no comércio local. Para a produção das microcápsulas, o isolado proteico de soro de leite em pó (90% proteínas, Sooro, Brasil) e maltodextrina (DE 20, MOR-REX 1920), foram utilizados como agentes encapsulantes. Água destilada e Tween-80 (Synth) foram utilizados como solvente dos agentes encapsulantes e como emulsificante, respectivamente. Os demais reagentes utilizados no estudo apresentaram grau de pureza analítico.



MICROENCAPSULAÇÃO DO ÓLEO DE CHIA

Para a encapsulação do óleo de chia utilizou-se o método descrito por Alcântara *et al.* (2019), com algumas adaptações. MD (48 g) foi solubilizada em água destilada (100 mL) sob agitação (200 rpm) a 55 °C por 20 min. WPI (12 g) foi suspenso em 100 mL de água destilada, previamente adicionada de Tween-80 (0,81 g), agitada a 600 rpm por 20 min a temperatura ambiente (25 °C). Em seguida, a solução de MD foi incorporada à suspensão de WPI sob agitação (1000 rpm) por 20 min. Após, o óleo de chia (5,4 g) foi incorporado à mistura pelo gotejamento lento, mantendo-se a agitação por 10 min. A suspensão foi submetida a agitação em Ultra-Turrax (T18, IKA, Alemanha), a 7200 rpm por 15 min. Após, as microcápsulas foram obtidas pela secagem da suspensão em *spray-dryer* laboratorial (Labmaq™ -MSD 1.0, São Paulo, Brasil) com câmara de secagem de 500 mm x 150 mm, bico atomizador de duplo fluido com orifício de 0,7 mm de diâmetro, utilizando uma bomba peristáltica para a alimentação com vazão de 0,6 L h⁻¹, temperatura do ar de entrada de 150 ± 2 °C e saída de 65 ± 2 °C, com o fluxo do ar de secagem a 35 N m³ h⁻¹, conforme descrito por Scremin *et al.* (2018).

CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DAS MICROCÁPSULAS

O diâmetro médio e o potencial *zeta* das microcápsulas foi estimado pela técnica de espalhamento de luz dinâmico (DLS) por meio de um analisador de tamanho de partícula Litesizer 500 (Anton Paar, Graz, Áustria), de acordo com a metodologia proposta por Ahmadian *et al.* (2019). As medidas foram conduzidas em triplicata a 25 °C.

A determinação da atividade de água (*A_w*) foi realizada utilizando-se o equipamento Aqualab® (4TE, Decagon, Brasil), em duplicata.

CARACTERIZAÇÃO MICROSCÓPICA DAS MICROCÁPSULAS

As microcápsulas foram fixadas a um *stub* utilizando fita dupla face de carbono e, posteriormente, submetidas a deposição catódica de uma fina camada de ouro/paládio, de aproximadamente 4 nm, utilizando o equipamento SC7620 Mini Sputter Coater. Após a metalização, as amostras foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV ZEISS modelo EVO MA10).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As microcápsulas exibiram diâmetro médio de 2,4 ± 1,1 µm, sendo valores similares ao reportado por Fernandes *et al.* (2019) para óleo de chia microencapsulado em maltodextrina e goma arábica, por *spray-drying* (3,1 a 4,1 µm). Quando se busca encapsular compostos bioativos para proteção e aplicação em matrizes alimentares, diâmetros menores são recomendados, pois partículas menores não afetam os alimentos sensorialmente, além de terem uma relação superfície-volume superior, permitindo maior difusão de moléculas (WANG *et al.*, 2022). Além disso, microcápsulas com diâmetro menor do que 100 µm, como é caso das microcápsulas descritas no presente estudo, apresentam maior estabilidade e solubilidade (ZHANG *et al.*, 2023).

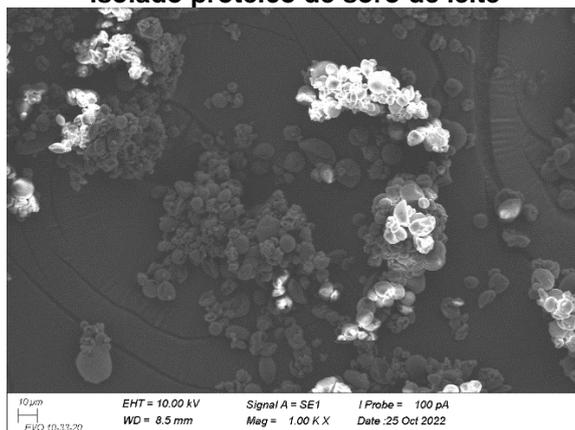
Os valores de potencial *zeta* obtidos para o óleo de chia microencapsulado foi de +33 ± 6 mV. O potencial *zeta* representa um parâmetro importante para avaliar a

estabilidade das partículas, representando a carga elétrica da superfície do cisalhamento hidrodinâmico que envolve as partículas coloidais. Assim, quanto maior for o potencial *zeta*, tanto numericamente positivo quanto negativo, maior será a repulsão eletrostática entre as partículas, portanto maior será sua estabilidade. De acordo com Soleimanifar, Jafari e Assadpour (2019), valores próximos a +30 mV ou -30 mV são considerados elevados, sendo próximo do obtido no presente estudo, o que sugere estabilidade das microcápsulas obtidas.

Com relação a determinação de A_w , as microcápsulas exibiram valor médio de $0,2089 \pm 0,040$, sendo considerado adequado para pós obtidos por atomização. O parâmetro de A_w representa importância quanto a estabilidade do pó, pois está relacionado com o conteúdo de água disponível para o crescimento de microrganismos e para ocorrência de reações de degradação química e enzimática. Segundo Favaro-Trindade *et al.* (2010), valores de A_w inferiores a 0,60 demonstram que o processo de secagem foi eficiente, e nesta condição de A_w permite garantir a segurança microbiológica em produtos secos por atomização (FORSYTHE, 2013).

Aspectos morfológicos das partículas, tais como tamanho, forma e características de superfície podem influenciar outras propriedades do material, tais como, molhabilidade, dispersibilidade do pó encapsulado, estabilidade, além de características sensoriais (TIMILSENA *et al.*, 2019). Na Figura 1 é apresentada a morfologia das microcápsulas de óleo de chia obtidas, observando-se a presença de superfície rugosa e morfologia esférica. Os resultados obtidos foram similares ao observado por Campelo *et al.* (2017), em seu estudo sobre microencapsulação de óleo essencial de lima em concentrado proteico de soro de leite e maltodextrina por *spray-drying*. Conforme reportado pelos referidos autores, o encolhimento dos agentes encapsulantes durante as fases iniciais de secagem podem estar associados à rugosidade superficial das microcápsulas.

Figura 1 – Morfologia das microcápsulas de óleo de chia microencapsulado em maltodextrina e isolado proteico de soro de leite



Fonte: Elaborado pelos autores (2023).

CONCLUSÃO

O processo de microencapsulação de óleo de chia em isolado proteico de soro de leite e maltodextrina por *spray-drying* viabilizou a obtenção de microcápsulas estáveis evidenciado pela morfologia esférica, alto potencial *zeta* e baixa atividade de água.



Agradecimentos

A CAPES, CNPq e Fundação Araucária pelo suporte financeiro.

À CEANMED – Central Analítica Multiusuário da Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Medianeira, Paraná, Brasil, pelos ensaios realizados.

Ao Laboratório Multiusuário do Campus Londrina da Universidade Tecnológica Federal do Paraná pelas análises realizadas. À Unioeste Campus Toledo, Paraná, Brasil, pelos ensaios de microscopia eletrônica de varredura.

Conflito de interesse

Não há conflito de interesse.

REFERÊNCIAS

AHMADIAN, Z., NIAZMAND, R., POURFARZAD, A., Microencapsulation of Saffron Petal Phenolic Extract: Their Characterization, In Vitro Gastrointestinal Digestion, and Storage Stability. **Journal of Food Science**, v. 84, n. 10, p. 2745-2757, 2019.

AKBARBAGLU, Z., *et al.* Spray drying encapsulation of bioactive compounds within protein-based carriers; different options and applications. **Food Chemistry**, v. 359, p. 1-13, 2021.

ALCÂNTARA, M. A.; *et al.* Influence of the emulsion homogenization method on the stability of chia oil microencapsulated by spray drying. **Powder Technology**, v. 354, n. 1, p. 877-885, 2019.

CAMPELO, P. H., *et al.* Effect of dextrose equivalent on physical and chemical properties of lime essential oil microparticles. **Industrial Crops and Products**, v. 102; p. 105-114, 2017.

FAVARO-TRINDADE, C. S.; *et al.* The use of spray drying technology to reduce bitter taste of casein hydrolysate. **Food Hydrocolloids**, v. 24, p. 336-340, 2010.

FERNANDES, S. S.; *et al.* Effect of the spray drying conditions on the physicochemical and structural characteristics and the stability of chia oil microparticles. **Journal of Applied Polymer Science**, v. 138, p. 1-14, 2021.

FIRTIN, B., *et al.* Encapsulation of chia seed oil with curcumin and investigation of release behaviour & antioxidant properties of microcapsules during in vitro digestion studies. **LWT-Food Science and Technology**, v. 134, n. 109947, p. 1-7, 2020.

FORSYTHE, S. J. **Microbiologia da segurança dos alimentos**. 2. Ed. Porto Alegre: Artmed, 2013.

GHARSALLAOUI, A.; *et al.* Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. **Food Research International**, v. 40, n. 9, p. 1107-1121, 2007.



GUO, J.; *et al.* Microencapsulation of curcumin by spray drying and freeze drying. **LWT- Food Science and Technology**, v. 132, 2020.

GOUIN, S. Microencapsulation: Industrial appraisal of existing technologies and trends. **Trends in Food Science and Technology**, v. 15, p. 330-347, 2004.

IXTAINA, V. Y.; *et al.* Physicochemical characterization and stability of chia oil microencapsulated with sodium caseinate and lactose by spray-drying. **Powder Technology**, v. 271, p. 26-34, 2015.

SCREMIN, F. R., *et al.* Synthesis and characterization of protein microcapsules for eugenol storage. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 131, n. 1, p. 653-660, 2018.

SOLEIMANIFAR, M., JAFARI, S. M., ASSADPOUR, E. Encapsulation of olive leaf phenolics within electrosprayed whey protein nanoparticles; production and characterization. **Food Hydrocolloids**, v. 101, n. 105572, 2019.

TIMILSENA, Y. P.; *et al.* Advances in microencapsulation of polyunsaturated fatty acids (PUFAs)-rich plant oils using complex coacervation: A review. **Food Hydrocolloids**, v. 69, p. 369-381, 2017.

TIMILSENA, Y. P.; *et al.* Investigation of oil distribution in spray-dried chia seed oil microcapsules using synchrotron-FTIR microspectroscopy. **Food Chemistry**, v. 275, p. 457-466, 2019.

WANG, K.; *et al.* Survivability of probiotics encapsulated in kelp nanocellulose/alginate microcapsules on microfluidic device. **Food Research International**, v. 160, n. 111723, 2022.

ZHANG, H.; *et al.* Microencapsulation of *Monascus* red pigments by emulsification/internal gelation with freeze/spray-drying: Process optimization, morphological characteristics, and stability. **LWT- Food Science and Technology**, v. 173, n. 114227, p. 1-10, 2023.