

OBTENÇÃO DA MISTURA CASCA DE UVA-CONCENTRADO PROTÉICO DE SORO DE LEITE EM PÓ POR ATOMIZAÇÃO EM *SPRAY DRYER*: INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE PROCESSO NO RENDIMENTO E QUALIDADE DO PRODUTO

B.E. de OLIVEIRA, P.C.G. JUNIOR, A.C. VENTURINI, C.M.P. YOSHIDA¹, M.B. BRAGA²

¹ Universidade Federal de São Paulo, Instituto de Ciências Ambientais, Químicas e Farmacêuticas (ICAQF)

E-mail para contato: cristiana.yoshida@unifesp.br

² Universidade Federal de São Paulo, Departamento de Ciências Exatas e da Terra

E-mail para contato: matheus19braga@yahoo.com.br

RESUMO – O resíduo agroindustrial da uva Isabel (*Vitis labrusca*) ou o bagaço da uva é um descarte da indústria de vinhos e sucos de uva, todavia apresenta grande quantidade de compostos fenólicos. As antocianinas são pigmentos de plantas com alta atividade antioxidante que conferem a coloração avermelhada das cascas e polpa da uva. Entretanto, são sensíveis a luz, calor e presença de oxigênio, entre outros. A secagem por *spray dryer* (microencapsulação) é indicada para produtos termo-sensíveis, uma vez que a rápida formação do pó a temperaturas moderadas garante uma alta retenção do aroma, da cor e dos nutrientes. Este trabalho teve por objetivo a produção de um material particulado a partir do processo de microencapsulação da polpa de casca de uva-concentrado protéico do soro do leite, analisando-se a influência das condições operacionais e concentração de adjuvante no rendimento do processo e qualidade do produto.

1. INTRODUÇÃO

A uva é uma das frutas mais cultivadas no mundo. No Brasil, 90% da produção de uvas acontece no Rio Grande do Sul, sendo que em 2014, 673 milhões de quilos de uva, o equivalente a 47% da produção do país, foi destinado ao processamento para produção de vinhos, sucos e derivados (MELLO, 2014). Devido à extração incompleta, o bagaço de uva possui uma grande quantidade de compostos bioativos antioxidantes como os compostos fenólicos (PINELO et al., 2005). Portanto, o bagaço de uva como rejeito industrial é uma potencial fonte para antioxidantes que poderia ser utilizado na indústria de suplementos e fitoquímicos.

Antocianinas são pigmentos de plantas pertencentes à família dos polifenóis com atividade antioxidante particularmente alta, e concomitantemente com potentes efeitos

promotores de saúde. Em uvas, as antocianinas são responsáveis pela coloração avermelhada e são encontradas, sobretudo nas cascas de frutos vermelhos e maduros (SILVA et al, 2011). Devido à coloração característica, as antocianinas podem ser utilizadas industrialmente como corantes naturais.

A secagem por *spray dryer* consiste na pulverização da pasta, através do bico atomizador na câmara de secagem, submetida a uma corrente de ar quente controlada, ocasionando a rápida evaporação do solvente (ROSA et al., 2006). O microencapsulamento consiste na criação de uma barreira em microescala para isolar o material central da ação de agentes químicos e físicos e assim aumentar sua estabilidade (SHAHIDI & HAN, 1993). Para a formação de microcápsulas é necessário adicionar um material de parede (adjuvante) ao material de interesse antes da secagem.

A técnica *Spray drying* é amplamente utilizada para a secagem de diversos materiais termicamente sensíveis, tais como alimentos, devido ao baixo tempo de exposição ao calor, permitindo a preservação desses materiais. De acordo com Santiago et al. (2016), a secagem por *spray dryer* pode ocasionar uma degradação de antocianinas inferior quando comparada a outros processos de secagem como os processos térmicos convencionais. As proteínas são consideradas como materiais de parede para o encapsulamento de corantes naturais por causa de suas propriedades funcionais e de ligação, sendo que as proteínas mais comumente utilizadas em encapsulamento são as proteína do soro de leite e gelatina (KANDANSAMY & SOMASUNDARAM, 2012).

O presente trabalho teve por objetivo a produção de um material particulado a partir da microencapsulação da polpa da casca de uva-concentrado protéico do soro do leite, analisando-se a influência das variáveis de processo (vazão de alimentação, temperatura do ar de entrada e concentração de adjuvante), na eficiência de produção de pó e qualidade do produto (umidade, densidade *bulk* e solubilidade).

2. MATERIAIS E MÉTODOS

2.1. Obtenção, preparação e caracterização das pastas

No preparo da polpa de uva, utilizou-se cascas de uva Isabel (*Vitis labrusca*) e água potável em uma proporção em massa de 2:8, respectivamente. O conjunto casca e água foi batido em liquidificador por 10 minutos, até obter uma consistência homogênea, a polpa foi filtrada em tecido para a eliminação de potenciais resíduos sólidos. As cascas de uva Isabel foram obtidas por meio da separação mecânica entre cascas e caroço do bagaço de uva prensado, cedido pela fábrica de sucos Superbom – São Paulo.

As pastas foram preparadas acrescentando-se o adjuvante Lacprodan80[®] à polpa de casca de uva nas porcentagens de 10, 12,5 e 15%, em massa. A concentração de sólidos das pastas e polpa (C_s) foi determinada a partir da secagem de amostras de 3 g em estufa a 105 ± 2 °C até peso constante, em triplicata. A densidade das pastas e polpa foi determinada por meio do método de picnometria líquida, utilizando picnômetros de 5 mL, em triplicata. O pH

foi mensurado utilizando-se um pHmetro (HI99163, Hanna Instruments, Romania).

2.2. Produção de pó em *Spray Dryer*

Seis parâmetros foram considerados no processo de produção do pó, sendo três constantes e três variáveis. As condições operacionais fixas do spray dryer (LM, msd 1.0, Brasil) foram: vazão do ar de secagem, 3,0 m³/min; pressão do ar de atomização, 2,93x10⁵ Pa; diâmetro do bico atomizador, 1,0 mm. As condições operacionais variáveis foram: temperatura do ar de secagem; vazão de alimentação da pasta; concentração de adjuvante. Os valores para essas variáveis encontram-se na Tabela 1, em que é mostrada a matriz de planejamento experimental com a triplicata do ponto central.

Tabela 1- Matriz de planejamento experimental: variáveis codificadas e não codificadas, em que T = temperatura de secagem em °C, W= vazão de entrada de pasta em g/min e A= concentração de adjuvante na pasta em %.

Ensaio	T (cod.)	W (cod.)	A (cod.)	T (°C)	W (g/min)	A (%)
1	-1	+1	+1	160	10	15
2	-1	+1	-1	160	10	10
3	-1	-1	+1	160	5	15
4	-1	-1	-1	160	5	10
5	+1	+1	+1	190	10	15
6	+1	+1	-1	190	10	10
7	+1	-1	+1	190	5	15
8	+1	-1	-1	190	5	10
9	0	0	0	175	7,5	12,5
10	0	0	0	175	7,5	12,5
11	0	0	0	175	7,5	12,5

2.3. Caracterização do produto e análise do processo

O pó obtido da secagem foi caracterizado quanto à umidade, densidade *bulk* e solubilidade. A umidade do pó (U) foi determinada a partir da secagem de 1 g em estufa a 105 ± 2 °C até peso constante, em triplicata. A densidade *bulk* foi determinada seguindo o método de Tonon et al. (2010), adaptado. Foram pesados 2 g de pó e em seguida acomodados em proveta de 20 ml. Calculou-se a densidade *bulk* por meio da razão entre a massa de pó e o volume ocupado pela mesma no frasco, tomando-se como valor a média de 10 repetições.

A solubilidade foi determinada seguindo o método de Eastman e Moore (1984), referenciado em Cano-Chauca et al. (2005). As amostras de pó de 1 g foram adicionadas em 100 mL de água destilada, e em seguida o conjunto foi submetido a agitação na velocidade máxima do agitador, 2500 rpm (Color Squid, IKA), por 5 minutos. Em seguida, a mistura formada foi submetida a centrifugação a 3000xg por 5 minutos. Por fim, foi extraída uma alíquota de 25 mL do sobrenadante, a qual foi levada a estufa a 105 ± 2 °C até peso constante, em triplicata.

O rendimento do processo, eficiência de produção de pó, foi calculado a partir da razão entre o pó seco coletado no ciclone e a massa de sólidos adicionada ao *spray dryer*, Equação 1.

$$\xi = \left[\frac{m_{pó} \cdot (1-U)}{m_{pasta} \cdot C_s} \right] * 100 \quad (1)$$

Em que: ξ = rendimento (%); $m_{pó}$ = massa de pó produzido (g); m_{pasta} = massa de pasta adicionada ao secador (g); U = umidade do pó; C_s = concentração de sólidos da pasta.

A morfologia do pó foi analisada por microscopia eletrônica de varredura. O material particulado foi aderido à uma fita de carbono e então observado em um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (JSM-6610LV, Jeol, EUA), operando a uma tensão de 8kV e ampliações de 4500 e 10000 vezes.

2.5. Análise estatística

A análise estatística da matriz de planejamento foi realizada utilizando-se o *software* Statistica 13.0 (Tulsa, EUA), para um nível de confiança de 95% ($p \leq 0,05$). Sendo as variáveis independentes do processo a temperatura do ar de secagem, a vazão de alimentação da pasta e a concentração de adjuvante e as variáveis dependentes a umidade, a densidade *bulk* e o rendimento do processo.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização das pastas

A Tabela 2 apresenta os valores da concentração de sólidos, densidade e pH das pastas. Nota-se que o aumento da concentração de adjuvante ocasionou o aumento dos valores correspondentes a essas caracterizações, sendo o aumento do pH justificado pelas características básicas do soro do leite, pH em torno de 7.

Tabela 2- Caracterização física das pastas: concentração de sólidos (C_s), densidade (ρ) e pH.

Pasta	C_s (kg/kg)	DM*	ρ (kg/m ³)	DM*	pH
Polpa	0,0244	0,0002	1,0130	0,0012	3,41
10% A	0,1144	0,0005	1,0312	0,0020	5,18
12,5% A	0,1354	0,0001	1,0341	0,0031	5,29
15% A	0,1594	0,0006	1,0411	0,0021	5,38

*Desvio médio

3.2. Análise do processo de produção de pó em *Spray Dryer*

Na Tabela 3 são apresentados os valores de rendimento do processo, umidade absoluta

do ar de entrada e de temperatura do ambiente, para cada ensaio. Com exceção de três ensaios, todos os outros obtiveram rendimento acima de 30%, chegando ao máximo de 38,55% para o ensaio 10. Valores semelhantes foram encontrados por Santana et al. (2014) para o processo de microencapsulação da polpa de pequi por *spray dryer*.

Apesar das variações nos valores de rendimento, não se observou uma influência estatisticamente significativa das variáveis independentes de processo, para um nível de confiança de 95%. Tais resultados divergem do trabalho de Tonon et al. (2008), em que se constatou a influência positiva da temperatura na eficiência de produção de polpa de açaí em pó.

Tabela 3- Rendimento do processo (ξ), umidade absoluta do ar ambiente (Y), temperatura do ar ambiente (T).

Ensaio	ξ (%)	Y (kg/kg)	T (°C)
1	31,00	9,92	20
2	31,74	11,75	18
3	29,67	16,69	26
4	20,73	11,01	24
5	38,10	11,41	28
6	36,35	9,20	15
7	38,91	11,93	28
8	30,66	13,52	24
9	32,60	11,76	19
10	38,55	13,02	20
11	29,01	16,69	28

3.3. Caracterização do produto

Os valores dos parâmetros umidade do pó, densidade *bulk* e solubilidade e seus respectivos desvios médios estão apresentados na Tabela 4. Os pós apresentam um teor de umidade baixo (<8%). No geral, alimentos secos com teor de umidade entre 3 - 10% tem boa estabilidade durante o período de estocagem (KLAYPRADIT & HUANG; 2008).

De acordo com Goula et al. (2004), altos valores de densidade *bulk* estão associadas a baixos teores de umidade. Os valores de densidade *bulk* estão compreendidos no intervalo 0,1540 - 0,2019 g/cm³ e são ligeiramente menores em relação aos valores encontrados por Tonon et al. (2011), 0,2368 a 0,3437 g/cm³, para o suco de açaí em pó utilizando-se goma arábica ou maltodextrina como agentes carreadores, assim como a umidade encontrada por esses autores foi menor do que a umidade obtida neste trabalho.

A solubilidade dos pós variou entre 78,3 a 86,5%. Oliveira et al. (2013) encontraram um valor de solubilidade semelhante (87,15% \pm 1,74) para a polpa de morango em pó, empregando goma arábica como agente carreador. Souza (2013) obteve valores de solubilidade superiores, na faixa de 91,84 a 97,49%, para a polpa de uva (*Vitis labrusca*) em pó, utilizando maltodextrina como agente carreador. A alta solubilidade dos pós obtidos demonstra um possível potencial para aplicação em formulações de produtos alimentícios. Constatou-se que os três parâmetros de

qualidade do pó não foram influenciados significativamente pelas variáveis independentes do processo, para um intervalo de confiança de 95%.

Tabela 4- Umidade do pó (U), densidade *bulk* (ρ_{bulk}) e solubilidade (S).

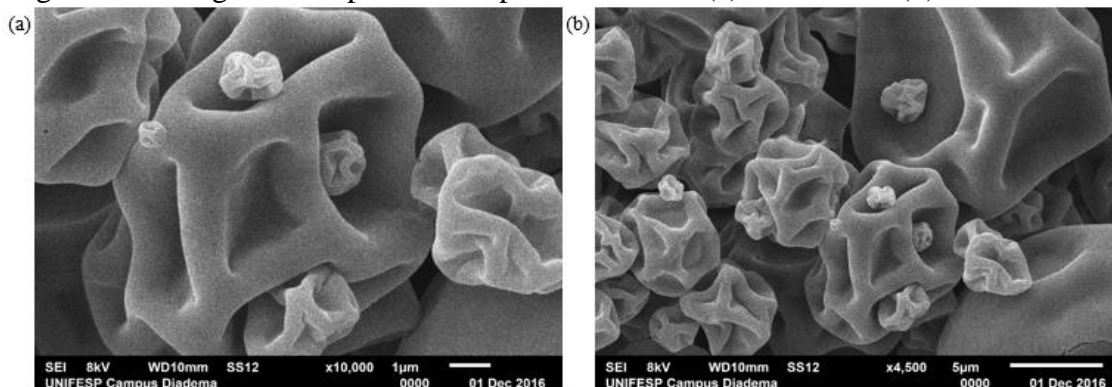
Ensaio	U (%)	DM	ρ_{bulk} (g/cm ³)	DM	S (%)	DM*
1	3,915	0,088	0,190	0,006	86,54	0,89
2	2,965	0,501	0,176	0,006	84,24	1,53
3	4,133	0,245	0,202	0,009	83,20	1,71
4	7,280	0,542	0,183	0,012	82,12	1,15
5	4,622	0,110	0,190	0,007	82,30	0,98
6	3,061	0,548	0,166	0,010	83,44	0,50
7	5,138	0,137	0,174	0,004	79,69	2,05
8	4,755	0,815	0,155	0,002	78,33	1,46
9	5,906	0,749	0,154	0,002	78,92	0,80
10	3,164	0,451	0,175	0,007	83,91	0,96
11	3,676	0,486	0,185	0,004	84,17	2,72

* DM= desvio médio

É importante destacar que a concentração e a retenção das antocianinas nos pós foram determinada para todos os Ensaios. Na melhor condição de processo (Ensaio 5), obteve-se uma retenção de antocianinas de 94%. Portanto, a condição otimizada dentro dos limites analisados seria de temperatura do ar de secagem de 190 °C, vazão de alimentação de 10 g/min e concentração de adjuvante de 15%, caso a retenção desse flavonóide fosse o parâmetro de qualidade de maior relevância.

A microscopia eletrônica de varredura do Ensaio 5 é apresentada na Figura 2, na qual é possível analisar a grande diversidade de tamanho de partículas obtida nessa amostra. É possível observar partículas de pó pequenas entre as a partículas de pó maiores. Também pode-se observar que a maior parte das partículas apresentam formato esférico, com a superfície irregular e sem fissuras aparentes. A superfície irregular, com a aspecto enrugado é indicativo do encolhimento das partículas durante o processo de secagem e esfriamento (ROSENBERG et al., 1985). Por outro lado, observa-se uma ausência de poros e fissuras na maior parte das partículas, o que, de acordo com os estudos de Silva (2013), é um indicativo de baixa permeabilidade ao ar e melhor proteção do material encapsulado.

Figura 2: Micrografias do pó obtido a partir Ensaio 5: (a) 4500 vezes (b) 10.000 vezes.



4. CONCLUSÕES

A secagem da polpa da casca de uva em *spray dryer*, utilizando o concentrado protéico do soro do leite como adjuvante, resultou na produção de um material particulado com boas características físicas e físico-químicas. O pó apresentou valores de umidade abaixo de 8%, valores de densidade *bulk* na ordem de $0,177 \text{ g/cm}^3$ e valores de solubilidade de até 86,54%.

A vazão de alimentação da pasta, a temperatura do ar de entrada e a concentração de adjuvante não influenciaram significativamente nenhuma das variáveis dependentes, para um intervalo de confiança de 95%.

As partículas produzidas a partir do Ensaio 5 (temperatura do ar de entrada de 190°C , vazão de alimentação da pasta de 10 g/min , concentração de adjuvante de 15% de adjuvante), apresentaram formato esférico e ausência de poros e fissuras, o que é um indicativo de baixa permeabilidade ao ar e um bom revestimento pelo adjuvante, conferindo uma boa proteção ao material encapsulado.

6. REFERÊNCIAS

- CANO-CHAUCA, M. et al. Effect of the carriers on the microstructure of mango powder obtained by spray drying and its functional characterization. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 6, n. 4, p. 420-428, 2005
- GOULA, A. M.; ADAMOPOULOS, K. G. Spray drying of tomato pulp: effect of feed concentration **Drying Technology**, Philadelphia, v. 22, n. 10, p. 2309-2330, 2004.
- KANDANSAMY, K.; SOMASUNDARAM, P. D. Microencapsulation of colors by spray drying-a review. **International Journal of Food Engineering**, v. 8, n. 2, 2012.
- KLAYPRADIT, W.; HUANG, Y. Fish oil encapsulation with chitosan using ultrasonic atomizer. **LWT-Food Science and Technology**, v. 41, n. 6, p. 1133-1139, 2008.
- MELLO, Loiva Maria Ribeiro de. *Vitivinicultura brasileira: Panorama 2014*. Bento

- Gonçalves: Embrapa Uva e Viho, 2015. p.1-6 (Comunicado Técnico, 175). Disponível em: <https://www.embrapa.br/uva-e-vinho/busca-de-publicacoes/-/publicacao/1025934/vitivinicultura-brasileira-panorama-2014> acessado em 27 Jul. 2016.
- PINELO, Manuel et al. Effect of solvent, temperature, and solvent-to-solid ratio on the total phenolic content and antiradical activity of extracts from different components of grape pomace. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, p. 2111-2117, 2005.
- ROSA, E. D.; TSUKADA, M.; FREITAS, LAP. Secagem por atomização na indústria alimentícia: fundamentos e aplicações. **Jornada Científica da Fazu/Faculdades Associadas de Uberaba**, v. 5, 2006.
- ROSENBERG, M.; KOPELMAN, I. J.; TALMON, YESHAYAHU. A scanning electron microscopy study of microencapsulation. **Journal of Food Science**, v. 50, n. 1, p. 139-144, 1985.
- SANTIAGO, M.C.P.A et al. Effects of encapsulating agents on anthocyanin retention in pomegranate powder obtained by the spray drying process. **LWT-Food Science and Technology**, v. 73, p. 551-556, 2016.
- SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, 33, 501-547, 1993.
- SILVA, P. I. et al. Parameter optimization for spray-drying microencapsulation of jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) peel extracts using simultaneous analysis of responses. **Journal of Food Engineering**, v. 117, n. 4, p. 538-544, 2013.
- SILVA, M. S. et al. Quantificação de antocianinas totais determinadas na casca e na polpa de uvas tintas destinadas à produção de vinhos. III Simpósio Brasileiro de pós colheita – SPC. p.816-819, 2011.
- TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Anthocyanin stability and antioxidant activity of spray-dried açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice produced with different carrier agents. **Food Research International**, v. 43, n. 3, p. 907-914, 2010.
- TONON, R. V.; BRABET, C.; HUBINGER, M. D. Influence of process conditions on the physicochemical properties of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) powder produced by spray drying. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v.88, n.3, p.411-418, 2008.
- TONON, R. V.; FREITAS, S. S.; HUBINGER, M. D. Spray drying of açai (*Euterpe oleracea* Mart.) juice: effect of inlet air temperature and type of carrier agent. **Journal of Food Processing and Preservation**, Trumbull, v.35, p.691-700, 2011.